INM Nr.1/2000

E 8225 FF
8 000001 093676

metrologie

OMH KÖZPONTI INFORMÁCIÓS KÖNYVTÁR 1983

SUMMARY

PETRU KÖNIG-GEORGESCU: The contribution of the National Institute of Metrology (INM) to the increase of the accuracy of concentration measurements in the field of gas analysis 2

PETRU KÖNIG-GEORGESCU, SORIN ANGHEL, NICOLAE IONIȚĂ, MIRELA ANGHEL: The evaluation of the calibration uncertainty for gas mixtures used as certified reference materials for gas concentration 9

VICTORIȚA PĂUN, IOAN CÂRNEANU: Hierarchy scheme based on accuracy of the gas humidity standards 17

VICTORIȚA PĂUN, IOAN CÂRNEANU: The secondary standard for relative humidity of air 20

GABRIELA MAREȘ: The hierarchy scheme of the density measuring instruments 23

VICTORIȚA PĂUN, IOAN CÂRNEANU: On the water used in analytic chemistry applications and the conductometric method 26

INFORMATION

SOMMAIRE

PETRU KÖNIG-GEORGESCU: La contribution de l'Institut National de Métrologie (INM) à l'augmentation de l'exactitude des mesurages de concentration dans le domaine d'analyse des gases 2

PETRU KÖNIG-GEORGESCU, SORIN ANGHEL, NICOLAE IONIȚĂ, MIRELA ANGHEL: L'évaluation de l'incertitude d'étalonnement pour les mixtures de gases utilisées comme des matériaux de reférence certifiés pour les concentrations des gases 9

VICTORIȚA PĂUN, IOAN CÂRNEANU: Le schéma d'hiérarchisation selon l'exactitude des étalons d'humidité des gases 17

VICTORIȚA PĂUN, IOAN CÂRNEANU: L'étalon secondaire pour l'humidité relative de l'air 20

GABRIELA MAREȘ: Le schéma d'hiérarchisation des instruments de mesure pour la densité 23

VICTORIȚA PĂUN, IOAN CÂRNEANU: Sur l'eau utilisée dans des applications de chimie analytique et la méthode conductométrique 26

INFORMATIONS

REDACȚIA

INSTITUTUL NAȚIONAL DE METROLOGIE

Șos. Vitan-Bârzești nr. 11, sector 4, tel. 3344020
și 3345520/191; București; 75669

ISSN 1200-546 X

EDIȚIE REALIZATĂ SUB ÎNGRIJIREA

Editurii Tehnice

Piața Presei Libere 1, sector 1, București, cod poștal 71341,
tel. 222.66.30, fax 224.21.64

Cererile pentru abonamente vor fi adresate Editurii Tehnice S.A., Biroul de comenzi și desfacere,
București, str. Oteteleșeanu nr. 1, sector 1, cod poștal 70702. tel. 315.88.66
cont virament 2511.1 – 200.1 / ROL deschis la BCR sector 1.
Costul unui abonament anual este 96 000 lei.

INFORMÁCIÓS KÖNYVTÁR

METROLOGIE

Publicaţie tehnico-ştiinţifică

editată de

INSTITUTUL NAŢIONAL DE METROLOGIE

SUMAR

PETRU KÖNIG-GEORGESCU: Contribuţia INM la creşterea exactităţii de măsurare a concentraţiei în domeniul analizei de gaze 2

PETRU KÖNIG-GEORGESCU, SORIN ANGHEL, NICOLAE IONIŢĂ, MIRELA ANGHEL: Evaluarea incertitudinilor de etalonare a amestecurilor de gaze utilizate ca materiale de referinţă certificate de concentraţie de gaze 9

VICTORIŢA PĂUN, IOAN CÂRNEANU: Schema de ierarhizare după exactitate a etaloanelor de umiditate gaze 17

VICTORIŢA PĂUN, IOAN CÂRNEANU: Etalonul secundar de umiditate relativă 20

GABRIELA MAREŞ: Schema de ierarhizare a mijloacelor de măsurare a densităţii 23

VICTORIŢA PĂUN, IOAN CÂRNEANU: Consideraţii despre apa de uz analitic şi metoda conductometrică 26

INFORMAŢII

*
* *

Colectivul de redacţie: dr. ing. Dragoş Boiciuc (*redactor responsabil*), Viorica Burciu (*secretar de redacţie*), dr. ing. chim. Mirella Buzoianu, ing. Gabriel Iordăchescu, fiz. Gheorghe Ispăşoiu, dr. ing. Aurel Millea, ing. Ionel Urdea.

CONTRIBUȚIA INM LA CREȘTEREA EXACTITĂȚII DE MĂSURARE A CONCENTRAȚIEI ÎN DOMENIUL ANALIZEI DE GAZE

Petru König-Georgescu[*)]

Abstract: *Based on the internationally accepted techniques used in the field, the specialized research group of INM has developed and implemented a number of methods and procedures for preparing and certifying gas/vapors concentration standards able to provide the qualitative and quantitative support in many metrological applications. The actions carried out in order to diversify the INM offer and to fully solve a multitude of analytical problems are described, with a special emphasis on the applications in the field of environment protection.*

Résumé: *Basé sur les techniques internationalement acceptées dans ce domaine, le colectif de recherche spécialisé de l'INM a développé et a mis en practique quelque méthodes et procédures pour preparer et certifier des étalons de concentration de gas/vapeurs capables d'offrir le support nécessaire pour beaucoup d'applications métrologiques. On décrit les actions entreprises dans le but de diversifier l'offre de l'INM et de solutionner une multitude de problèmes analytiques, en soulignant les application dans le domaine de protection de l'environment.*

1 Introducere

Crearea infrastructurii necesare monitorizării condițiilor de mediu, la care un rol deosebit de important revine măsurărilor privind compoziția amestecurilor de gaze din atmosferă în locuri cu degajări poluante (emisii) și în medii de lucru și de trai (imisii), presupune existența concomitentă a unei rețele integrate metrologice specializate pe problemele protecției mediului. În legătură cu aceasta merită arătat că instituțiile de stat sau private ce acționează în domeniul metrologiei formează o parte importantă a infrastructurii tehnice și economice a fiecărui stat.

Există, în prezent, echipamente tot mai sofisticate pentru măsurarea analitică a concentrațiilor sau a altor caracteristici fizico-chimice, cu exactitate și sensibilitate foarte ridicate, dar toate necesită, pentru atingerea performanțelor, o calibrare/etalonare/verificare corespunzătoare. Calitatea măsurărilor (inclusiv fiabilitatea și comparabilitatea datelor rezultate din măsurări) sunt strict dependente de calitatea procedurilor operațiilor menționate. În domeniul măsurărilor de compoziție se folosesc, ca materiale de referință, etaloanele de concentrație de gaze și lichide.

Sistemul complex de evaluare a rezultatelor măsurărilor implică interacțiuni între experimentatori, metode de măsurare, sistemul de unități de măsură și tehnica de prelucrare a datelor. Metoda de măsurare antrenează o succesiune de operații mai mult sau mai puțin complicate, finalizată cu un rezultat numeric și printr-o estimare a incertitudinii de măsurare.

Colectivul Concentrație de Gaze (Analiza gazelor) din INM se consideră direct implicat în activități de măsurare ce vizează zone "reglementate" prin Legea Metrologiei nr. 11/94, Instrucțiunile de Metrologie Legală (IML) 1/95 "Transmiterea unității de măsură" și IML 2/95 "Aprobarea de model", respectiv protecția mediului și a cetățeanului prin:

- activitatea de producere și conservare a etaloanelor fizico-chimice de referință (etaloane de concentrație de gaze) ale României, în scopul asigurării trasabilității etaloanelor secundare și a mijloacelor de măsurare;

[*)] Institutul Național de Metrologie, șos. Vitan Bârzești nr. 11, sector 4, București.

- elaborarea normelor de metrologie legală privind verificarea/etalonarea/încercarea metrologică a diverselor mijloace de măsurare gaz-analitice;
- efectuarea încercărilor metrologice de tip asupra aparaturii şi echipamentelor, în vederea obţinerii aprobării de model din partea BRML;
- transmiterea unităţilor de măsură fizico-chimice către etaloanele şi mijloacele de măsurare de rang inferior prin servicii de verificare/etalonare şi certificare a compoziţiilor, prin analize fizico-chimice;
- producerea de etaloane secundare (materiale de referinţă) certificate pentru nevoile proprii ale INM (asigurarea operaţiilor menţionate anterior) şi pentru terţi (posesori de mijloace de măsurare fizico-chimice);
- activitatea de cercetare care urmăreşte implementarea metodologiilor specifice metrologiei ştiinţifice în domeniul producerii şi certificării etaloanelor de gaze, indiferent de gradul de exactitate, în diversificarea sortimentală a gamei de etaloane realizate (atât ca natură chimică a constituenţilor, cât şi a concentraţiilor obtenabile), procedurarea metodelor de preparare şi de analiză în scopul asigurării unui sistem de asigurare a calităţii producţiei de etaloane şi a prestaţiilor specifice de servicii metrologice (verificări, etalonări, încercări).

2 Transmiterea unităţilor de măsură şi asigurarea trasabilităţii

Lanţul de măsurare a concentraţiei gazelor/vaporilor porneşte invariabil de la etaloanele primare (materiale de referinţă, figura 1) după o schemă destul de simplă, având în vedere dificultatea producerii şi certificării cu exactitate corespunzătoare a etaloanelor de concentraţie de gaze. Această schemă logică a stat la baza elaborării de către laboratorul Concentraţie de Gaze a schemei de ierarhizare după exactitate a mijloacelor de măsurare a concentraţiei gazelor (figura 2).

Măsurările efectuate frecvent, mai ales în domeniul poluării mediului, apelează la echipamente sofisticate capabile să producă rezultate foarte prelucrate, dar nu întotdeauna suficient de exacte. Această situaţie se datoreşte, desigur, dificultăţii de a evita erorile sistematice în domeniul gazanalitic, în primul rând datorită multitudinii de metode de preparare a etaloanelor dintre care trebuie selectate cu multă grijă cele ce pot asigura exactitatea necesară, majoritatea fiind recomandate numai pentru prepararea etaloanelor de lucru.

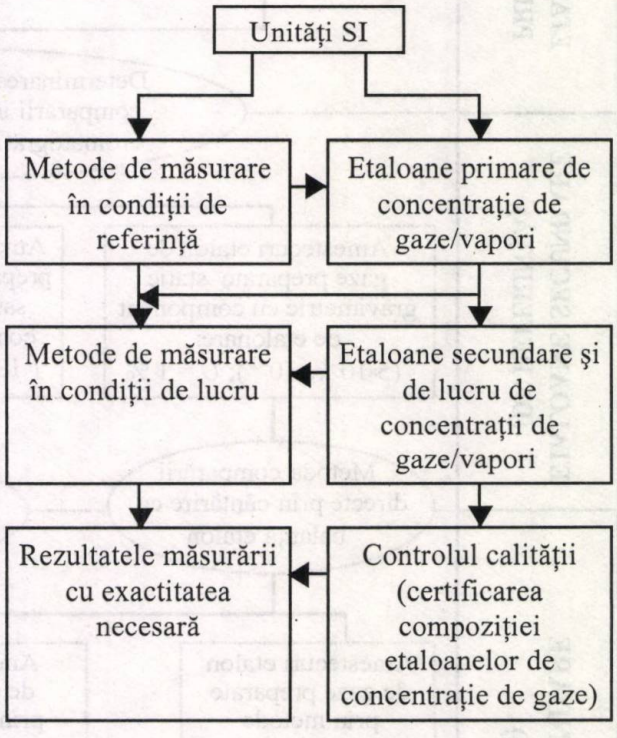


Figura 1 Schema unui sistem de măsurare a concentraţiei gazelor/vaporilor

Tabelul 1 prezintă metodele de preparare a etaloanelor de concentraţie de gaze/vapori clasificate după principiul de dozare (masic, manometric etc.) şi după modalitatea de generare (statică sau dinamică), precizându-se acele metode pentru care există sau sunt în pregătire Standarde ISO.

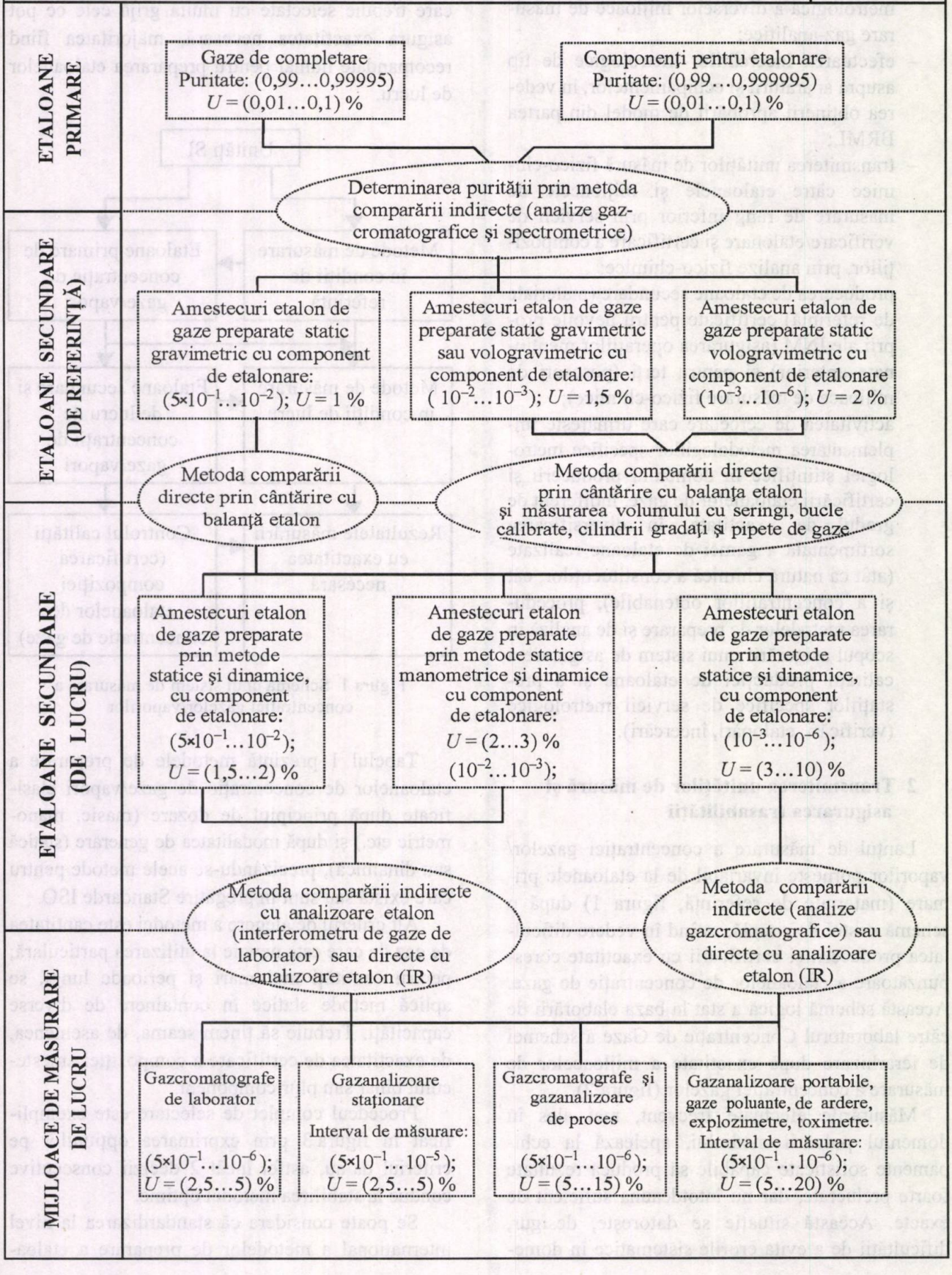
Alt criteriu de alegere a metodei este cantitatea de gaz de care este nevoie la utilizarea particulară; pentru cantităţi mai mari şi perioade lungi, se aplică metode statice în containere de diverse capacităţi. Trebuie să ţinem seama, de asemenea, de exactitatea de certificare a compoziţiei amestecului binar sau pluricomponent.

Procedeul complet de selectare este exemplificat în figura 3 prin exprimarea opţiunilor pe criteriul da/nu, astfel încât 2 decizii consecutive conduc la stabilirea metodei optime.

Se poate considera că standardizarea la nivel internaţional a metodelor de preparare a etaloa-

SCHEMA DE IERARHIZARE DUPĂ EXACTITATE A MIJLOACELOR DE MĂSURARE GAZANALITICE

Figura 2



Tabelul 1 – Metode de preparare a etaloanelor de concentraţie de gaze/vapori

Principiul de dozare	Metode de generare dinamică	Metode de preparare statice
Masic	1) ISO/CD 6145-7/97 Controlere termice de debite masice 2) ISO/CD 6145-10/96 Metodă permeaţiei	SR ISO 6142-96 (Metode gravimetrice)
Volumetric	3) SR ISO 6145-2/97 Pompe volumetrice 4) SR ISO 6145-3/96 Injectări periodice într-un flux gazos 5) SR ISO 6145-4/86 Injecţie continuă 6) ISO DIS 6145-5/97 Dispozitive capilare de etalonare 7) ISO/CD 6145-6/97 Orificii critice	SR ISO 6144-96 Metode volumetrice
Manometric	–	ISO-DIS 6146/77 Metode manometrice
Diverse	8) ISO/CD 6145-9/97 Metoda prin saturare	–

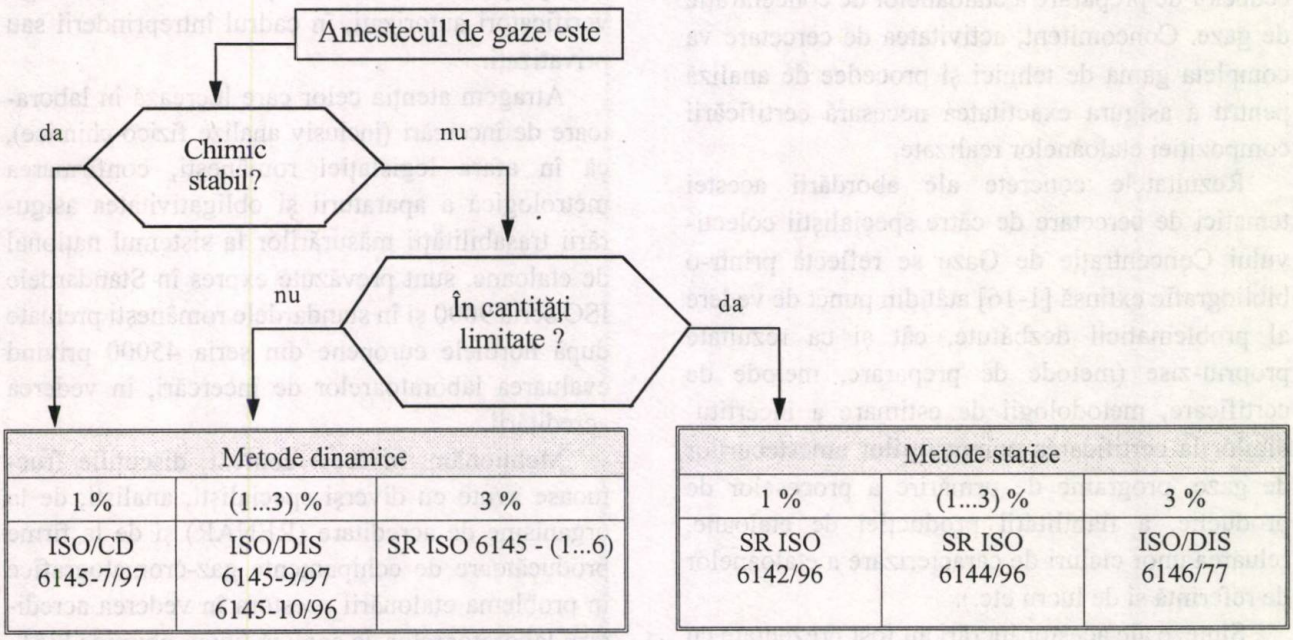


Figura 3 Alegerea metodei optime de preparare a etaloanelor de gaze

nelor de concentraţie de gaze este o primă etapă în asigurarea compatibilităţii măsurărilor gaz-analitice inter-ţări. Continuitatea logică pe linia aceasta este stabilirea unei liste de amestecuri de compoziţii standardizate de gaze preparate comercial a căror certificare să se facă în condiţii speciale (laborator, dotare, personal specializat) sub controlul unui organism internaţional. Preocupările de prim ordin ale laboratoarelor analitice se îndreaptă spre prepararea etaloanelor necesare transmiterii unităţii de măsură a concentraţiei gazelor/vaporilor cu caracter poluant al atmosferei. Programul de fabricaţie al INM de etaloane de lucru de concentraţie de gaze, în amestecuri binare cuprinde o gamă sortimentală de amestecuri de gaze active O_2, N_2, CO, Ar, aer, hidrocarburi gazoase saturate, precum şi gaze poluante sau combustibile uşor lichefiabile dozate în etaloane la concentraţii care să nu mai permită lichefierea (CO_2, SO_2, NH_3, C_{3-4}, NO_x etc.).

O subclasificare se face, după concentraţia gazelor active, de regulă în subintervalele: (0...1); (1...10) şi (10...50) % vol, cu limitări în cazul gazelor şi vaporilor de compuşi organici combustibili cu pericol de explozie în amestec cu aerul sau oxigenul. Aceste etaloane de lucru sunt certificate prin metode fizico-chimice de analiză; lucrările efectuate cu ocazia estimării incertitudinilor de

măsurare la certificarea concentraţiilor etaloanelor produse de INM, prin tratarea statistică a erorilor de măsurare [3,4] au concluzionat că aceste incertitudini se situează în domeniul (0,05...0,5) % vol, funcţie de concentraţia gazului de interes din amestec.

Necesitatea de a asigura o gamă cât mai completă de etaloane obligă INM să studieze şi celelalte tehnici (în special metodele dinamice) cum sunt: metodele prin permeaţie, electrolitice, de injectare combinate, sistemele prin evaporare, metodele prin reacţii chimice.

Urmează ca în viitorul apropiat să se studieze şi aceste tehnici pentru a dispune de totalitatea procedeelor de preparare a etaloanelor de concentraţie de gaze. Concomitent, activitatea de cercetare va completa gama de tehnici şi procedee de analiză pentru a asigura exactitatea necesară certificării compoziţiei etaloanelor realizate.

Rezultatele concrete ale abordării acestei tematici de cercetare de către specialiştii colectivului Concentraţie de Gaze se reflectă printr-o bibliografie extinsă [1-16] atât din punct de vedere al problematicii dezbătute, cât şi ca rezultate propriu-zise (metode de preparare, metode de certificare, metodologii de estimare a incertitudinilor la certificarea compoziţiilor amestecurilor de gaze, programe de urmărire a proceselor de producţie, a fiabilităţii producţiei de etaloane, reluarea unor cicluri de caracterizare a etaloanelor de referinţă şi de lucru etc.).

Sinteze ale acestor lucrări au fost prezentate cu ocazia Simpozioanelor Naţionale de Metrologie [17-21], a unor manifestări ştiinţifice cu tematică ecologică (ECO şi Ecologie – Acoperiri metalice – Coroziune) [22-26], a unor simpozioane cu tematică ştiinţifică-instrumentală şi în revistele tehnice de specialitate (Asociaţia pentru Instrumentaţie din România, AIR) [27-32], precum şi la conferinţe Internaţionale pentru materiale de referinţă [33] şi de chimie generală [34].

Prin această producţie, susţinută de-a lungul anilor de o activitate de cercetare vizând, în primul rând, diversificarea gamei sortimentale şi adoptarea unor metode analitice de certificare corespunzătoare, INM caută să asigure trasabilitatea unui număr cât mai mare de măsurări la standardele naţionale şi internaţionale.

Ultima activitate a laboratorului (desigur, nu ca importanţă) este legată de serviciile privind etalonarea/verificarea/calibrarea/încercarea mijloacelor de măsurare specifice analizei compoziţiilor amestecurilor de gaze. Prin aceasta se realizează concret şi dezideratul asigurării trasabilităţii la etaloanele INM. Etaloanele (primare şi secundare) preparate, cum s-a precizat anterior, gravimetric sau manometric, în recipiente-butelii, au compoziţia certificată prin analize gaz-interferometrice, cu aparate cu absorbţia radiaţiilor IR, magneto-dinamice, gaz-cromatografice, spectrofotometrice sau chimice (Orsat). Livrarea acestor etaloane cu certificat de etalonare către posesorii de mijloace de măsurare, îndreptăţeşte folosirea lor şi de către metrologii verificatori autorizaţi, în cadrul întreprinderii sau privatizaţi.

Atragem atenţia celor care lucrează în laboratoare de încercări (inclusiv analize fizico-chimice), că în afara legislaţiei româneşti, confirmarea metrologică a aparaturii şi obligativitatea asigurării trasabilităţii măsurărilor la sistemul naţional de etaloane, sunt prevăzute expres în Standardele ISO seria 9000 şi în standardele româneşti preluate după normele europene din seria 45000 privind evaluarea laboratoarelor de încercări, în vederea acreditării.

Menţionăm, în acest context, discuţiile fructuoase avute cu diverşi specialişti, analişti, de la organisme de acreditare (RENAR) şi de la firme producătoare de echipamente gaz-cromatografice în problema etalonării acestora în vederea acreditării laboratoarelor de analiză fizico-chimice [35].

3 Activitatea de standardizare

Colectivul Concentraţie de Gaze INM a elaborat în ultima perioadă (după reconsiderarea metodologiei de elaborare a normelor de către BRML, ca norme de metrologie legală, NML) un număr de 8 NML-uri, care practic acoperă întreg spectrul de mijloace de măsurare specifice domeniului gaz-analitic.

Apreciem că la toate normele s-a avut în vedere alinierea la cerinţele reglementărilor internaţionale elaborate de organisme specializate, ca OIML şi ISO, (de exemplu, prin seria de norme privind metodele de preparare a etaloanelor de gaze elaborate de Comitetul Tehnic 158 "Analiza gazelor").

Seria de norme ale BRML se referă concret la etilometre, analizoare de gaze de eşapament auto, gazanalizoare staţionare (cu utilizări analitice generale, inclusiv explozimetre şi toxicometre), gaz-cromatografe portabile şi de laborator, gaz-analizoare portabile, lichid-cromatografe de înaltă performanţă şi analizoare de gaze de ardere [36-43].

Sigur că procesele tehnologice ale ultimilor ani referitoare mai ales la noi tipuri de senzori cu sensibilitate şi specificitate mărite, automatizarea echipamentelor, în special a celor dedicate măsurărilor poluanţilor gazoşi sau a compoziţiei complexe a unor amestecuri de gaze tehnologice, ca gazele de ardere (emisie), procesarea statistică a tuturor datelor folosind metodele matematice adecvate, mai ales în tehnica gaz-cromatografică, au impus la scară internaţională, implicit şi la nivel naţional, revizuirea unor documente normative. Un astfel de caz este cel al recomandării OIML nr. 99 (instrumente pentru măsurarea gazelor de eşapament a vehiculelor) a cărei variantă finală este mult îmbogăţită faţă de proiectele precedente, care au constituit sursele de inspiraţie ale NML-urilor.

Specialişti ai Colectivului participă constant la elaborarea de standarde, fiind membrii ai Comitetului Tehnic nr. 315 (Analiza gazelor) ASRO. Trebuie menţionat faptul că această participare la redactarea a circa 15 standarde SR-ISO se justifică nu numai prin importanţa în sine a documentelor respective, cât şi prin necesitatea abordării ştiinţifice a problemelor de metrologie aplicată în domeniul analitic, probleme introduse în mod foarte ambiţios de organismele de standardizare internaţionale prin vehicularea şi adaptarea la obiect a noţiunilor legate de estimarea incertitudinilor de măsurare, în conformitate cu SR-ISO 13434-99 "Ghid pentru evaluarea şi exprimarea incertitudinii de măsurare" [44]. Referitor la acest standard, care practic deschide o perspectivă cu totul nouă întregii metrologii, obligându-ne să reconsiderăm filozofic şi practic orice activitate profesională, se poate spune că un aport l-au adus şi câţiva specialişti ai colectivului nostru.

4 Concluzii

Lucrarea de faţă a urmărit să evidenţieze modalităţile practice de asigurare a trasabilităţii în domeniul măsurărilor mărimilor gaz-analitice. În conformitate cu procedurile aplicate în acest sector pe plan internaţional, INM dispune de o serie de metodologii de preparare şi certificare a etaloanelor de gaze şi lichide în stare a asigura necesarul în multe utilizări cu caracter metrologic la diversele solicitări de pe piaţa internă. Pe viitor se preconizează diversificarea tehnicilor de preparare spre rezolvarea cât mai deplină a multiplelor probleme analitice, de mare actualitate, în special în domeniul protecţiei mediului.

Cu ocazia celei de a 20-a Conferinţe Generale pentru Măsuri şi Greutăţi (Paris, 1995) [44] s-a transmis d-lui Kaarls, preşedintele nou înfiinţatului Comitet Consultativ pentru Cantitatea de Substanţă (CCQM), disponibilitatea şi interesul laboratorului de Concentraţie de Gaze INM de a participa la primele comparări internaţionale de etaloane de concentraţie de gaze organizate de acest Comitet. Obiectivul rămâne ca deziderat, sperăm cu rezolvare într-un viitor cât mai apropiat, deoarece lipsa unor măsurări comparative cu laboratoare de metrologie de prestigiu, ne împiedică să facem o evaluare corectă, obiectivă a nivelului tehnic-ştiinţific actual.

BIBLIOGRAFIE

[1] Studiu INM (program B-133-91, faza 1991), Studiul capabilităţilor tehnico-funcţionale ale instalaţiei de dozare a microconcentraţiilor de gaze poluante prin metoda permeaţiei. Asigurarea condiţiilor de protecţia muncii şi a mediului;

[2] Studiu INM (program B-193-91, fază 1992), Studierea tehnologiilor de dozare a gazelor prin celule de permeaţie;

[3] Studiu INM (program B-193-91, fază 1993) Studiu metodelor de certificare a compoziţiei etaloanelor şi caracterizarea metrologică a unui set de 10 etaloane de microconcentraţie;

[4] Studiu INM (program A-350, fazaă 1992), Elaborarea tehnologiilor de preparare a etaloanelor de microconcentraţie de gaze;

[5] Studiu INM (program A-350, fază 1993), Metode de analiză a poluanţilor atmosferici gazoşi şi caracteristicile metrologice ale aparaturii gaz-analitice specifice;

[6] Studiu INM (program A-350, fază 1993), Realizarea instalaţiei de dozare statică prin injecţii discontinue a gazelor şi lichidelor volatile în aer;

[7] Studiu INM (program B-193-91, fază 1993), Stabilirea procedurilor de lucru la prepararea etaloanelor de gaze/ vapori poluanţi, inclusiv vapori de alcool etilic în aer;

[8] Studiu INM (program B-9, faza 1993), Experimentarea tehnicilor de analiză fizico-chimică la certificarea compoziţiilor;

[9] Studiu INM (program B-9, fază 1994). Caracterizarea metrologică a etaloanelor secundare de concentrație de gaze și urmărirea omogenizării compozițiilor chimice;

[10] Studiu INM (program B-9, faza 1994), Studiul stabilității etaloanelor secundare de concentrație de gaze după omogenizare;

[11] Studiu INM (program B-9, fază 1995), Metodologii de preparare a etaloanelor primare de concentrație de oxigen și monoxid de carbon în azot prin metoda gravimetrică;

[12] Studiu INM (program A6/289B, fază 1995), Caracterizarea metrologică a etaloanelor de concentrație de O_2 și CO în N_2.

[13] Studiu INM (program 17/143-96, fază 1996), Adaptarea metodologiei de preparare gravimetrică a etaloanelor de referință de CO/N_2 în intervalul (0,1...1)% mol prin diluții succesive, conform exigențelor ISO/DIS 13275/95;

[14] Studiu INM (program A-7-143-96, fază 1997), Procedură de realizare a materialelor de referință certificate din domeniul concentrație gaze;

[15] Studiu INM (program A-7-143-96, fază 1998), Determinarea incertitudinii de măsurare la etalonarea analizoarelor pentru emisiile poluante din gazele de eșapament;

[16] Studiu INM (program 136-546, fază 1999), Estimarea incertitudinilor de măsurare la etalonarea amestecurilor de gaze utilizate ca materiale de referință certificate de concentrație de gaze;

[17] *König-Georgescu P., Ioniță N.*, Preocupările INM pentru diversificarea gamei de etaloane de concentrație gaze necesare asigurării metrologice a gazanalizoarelor, Al 4-lea Simpozion Național de Metrologie, 1990;

[18] *König-Georgescu P., Popescu R, Cătineanu I., Savici L., Soimosi S.*, Instalație pentru generarea dinamică a etaloanelor de microconcentrație de gaze, Al 4-lea Simpozion Național de Metrologie, 1990

[19] *König-Georgescu P., Ioniță N.*, Caracterizarea metrologică a etaloanelor de gaze poluante prin metoda permeației în medii polimerice, Al 5-lea Simpozion Național de Metrologie, 1994;

[20] *König-Georgescu P., Anghel S.*, Instalație pentru prepararea statică a amestecurilor etalon de concentrație de gaze prin injecție discontinuă a gazelor/lichidelor volatile poluante sau potențial explozive, Al 5-lea Simpozion Național de Metrologie, 1994;

[21] *König-Georgescu P., Ioniță N., Anghel S.*, Trasabilitatea metrologică a măsurărilor gaz-analitice, Al 6-lea Simpozion Național de Metrologie, 1997

[22] *König-Georgescu P.*, Implicarea Institutului Național de Metrologie și problematica măsurărilor privind asigurarea calității aerului, Simpozion ECO '95, București, 1995;

[23] *König-Georgescu P., Anghel S.*, Trasabilitatea măsurărilor de mediu, Simpozion ECO '96, București; 1996;

[24] *König-Georgescu P., Stoican E.*, Asigurarea metrologică a aparaturii fizico-chimice utilizate în protecția mediului, Simpozion Ecologie – Acoperiri metalice, Ed. Tehnică, București, 1995;

[25] *König-Georgescu P., Anghel S.*, Utilizarea echipamentelor gaz-analitice pentru evaluarea poluării atmosferice în conformitate cu exigențele legislației metrologice, Simpozion Ecologie – Acoperiri metalice, Ed. Tehnică, București, 1997;

[26] *König-Georgescu P.*, Exactitatea măsurărilor de concentrație ale poluanților din mediu gazoase și lichide, Simpozion Ecologie – Acoperiri metalice, Ed. Tehnică, București, 1999.

[27] *König-Georgescu P.*, Problematica metrologică a echipamentelor destinate măsurării concentrației de gaze, Simpozion AIR, 1995;

[28] *König-Georgescu P.*, Tendințe actuale în metrologia din România, Instrumentația nr. 1/1996;

[29] *König-Georgescu P.*, Evoluția tehnică a analizoarelor pentru emisiile poluante ale autovehiculelor. Exactitatea măsurărilor de concentrație de gaze, Instrumentația nr. 2/1996;

[30] *König-Georgescu P.*, Analizoare moderne pentru analiza alcoolului etilic din aerul expirat, Instrumentația nr. 2/1999;

[31] *König-Georgescu P.*, Aspecte metrologice privind utilizarea analizoarelor de gaze de ardere, Instrumentația nr. 3/1999;

[32] *König-Georgescu P.*, Aspecte metrologice ale cromatografiei de gaze și de lichide, Instrumentația nr. 3/1999;

[33] *König-Georgescu P.*, Realizări ale Institutului Național de Metrologie din România în vederea transmiterii unității de măsură a concentrației gazelor, Conferință Internațională pentru Materiale de Referință, Stara Lesna, Slovacia, 1992;

[34] *König-Georgescu P., Anghel S.*, Aportul Institutului Național de Metrologie la efectuarea măsurărilor de poluanți prin asigurarea etaloanelor de referință în domeniul mărimilor fizico-chimice, A XXII-a Sesiune Internațională de Comunicări Științifice a Centrului de Cercetări Oltchim, 1996;

[35] *König-Georgescu P., Stoican E.*, Probleme legate la etalonarea echipamentelor gaz-cromatografice în vederea acreditării laboratoarelor de analize fizico-chimice, Simpozion Internațional Perkin-Elmer "Controlul cali- tății, validarea, certificarea și acreditarea laboratoarelor de analiză și control", 1995; revista Metrologie, vol. XLII(serie nouă), nr.1/1996;

[36] NML 9-01-94, Etilometre

[37] NML 9-07-95; Aparate pentru măsurarea gazelor de eșapament a autovehiculelor;

[38] NML 9-09-96; Gazanalizoare staționare;

[39] NML 9-10-96; Gazcromatografe portabile destinate măsurării concentrației compușilor chimici poluanți;

[40] NML 8-07-98; Gazcromatografe de laborator pentru măsurarea poluării;

[41] NML 8-12-98, Lichid-cromatografe de înaltă performanță;

[42] NML 8-05-97, Gazanalizoare portabile;

[43] NML 8-11-98, Analizoare de gaze de ardere;

[44] SR-ISO 13434-99 "Ghid pentru evaluarea și exprimarea incertitudinii de măsurare" (varianta română a documentului ISO "Guide to the evaluation and expression of uncertainty in measurement"-1995;

[45] BIPM, 20-e Conference Generale des Poids et Mesures, Proceedings, Paris,1995, pag 102-103.

EVALUAREA INCERTITUDINILOR DE ETALONARE A AMESTECURILOR DE GAZE UTILIZATE CA MATERIALE DE REFERINȚĂ CERTIFICATE DE CONCENTRAȚIE DE GAZE

Petru KÖNIG-GEORGESCU[*)]
Sorin ANGHEL[*)]
Nicolae IONIȚĂ[*)]
Mirela ANGHEL[*)]

Abstract: *The paper presents the methodology used in preparing and certifying reference standards for gas concentration developed acording to specific procedures by the research group for gas concentration at INM in order to comply with quality assurance requirements. The method for evaluating the uncertainties associated with the certification of the gas mixtures used as high accuracy reference materials is described.*

Résumé: *L'article présente la méthodologie utilisée pour préparer et certifier des étalons de référence pour la concentration de gases, développée conformement à des procedures par le groupe de recherche pour les concentrations des gases de l'INM, en vue d'assurer la qualité. On décrie la méthode d'évaluation des incertitudes avec lesquelles on certifie les mixtures de gases utilisées comme des matériaux de reference à exactitude élevee.*

1 Introducere

Materiale de referință certificate de concentrație de gaze, produse de laboratorul Concentrație de Gaze al INM sunt, conform schemei de ierarhizare după exactitate a mijloacelor de măsurare gazanalitice, [1] etaloanele de referință (secundare) de concentrație de gaze (ERCG) și etaloanele de lucru de concentrație de gaze (ELCG), diferențiate în funcție de metodologia de realizare (metoda gravimetrică sau metoda manometrică de dozare a constituenților individuali ai amestecurilor) și de incertitudinile extinse obtenabile (max. 1%, respectiv (2...3)%).

Procedurarea metodelor de realizare și de certificare a compoziției etaloanelor [2;3] s-a făcut pe baza unor documentații tehnice foarte recente ISO [4;5] care preiau și adaptează vechile standarde specifice domeniului la exigențele actuale ale metrologiei științifice prezentate de "Ghidul pentru evaluarea și exprimarea incertitudinii de măsurare" (apărut de curând și ca SR-ISO 13434-1999). Trebuie menționat faptul că tehnicile de preparare, de analiză și de prelucrare statistică folosite au constituit obiectivele unor studii ale Laboratorului Concentrație Gaze – INM, derulate pe parcursul a mai mulți ani și prezentate in extenso într-o lucrare precedentă [1].

2 Realizarea și certificarea etaloanelor de referință de concentrație de gaze (ERCG)

Din multitudinea de metode de preparare a etaloanelor de gaze, clasificate după principiul de dozare în metode gravimetrice (masice), manometrice, volumetrice, combinații ale acestora (volo-gravimetrice, volo-manometrice) și după modalitatea de generare în metode statistice și dinamice, a fost selectată metoda dozării gravimetrice, singura metodă care poate asigura o certificare finală a compoziției amestecului de gaze cu incertitudini de măsurare de maxim 1%, funcție de natura și concentrația constituenților (de regulă, se face referire la componentul de etalonare, cel care este în concentrație inferioară comparativ cu gazul diluant, componentul majoritar).

*) Institutul Național de Metrologie, șos. Vitan Bârzești nr. 11, sector 4, București.

În funcţie de concentraţia finală dorită a constituentului de etalonare, amestecul etalon se prepară în recipiente-butelie pregătite tehnologic corespunzător prin metoda completării succesive a constituenţilor prin simpla diluţie, atunci când concentraţia x_i se situează în domeniul $10^{-3} \le x_i \le 1$ (exprimată ca fracţie molară, masică sau volumică, respectiv 0,1...100% procente molare, masice sau volumice), sau prin metoda dublei diluţii (eventual a diluţiilor multiple), atunci când concentraţia x_i este situată în domeniul $10^{-6} \le x_i \le 10^{-3}$ exprimată ca fracţie (respectiv 1...1000 ppm).

Calculul compoziţiei amestecului (adică a concentraţiei componenţilor) se face cu relaţia:

$$x_i = \frac{\sum_{A=1}^{p} \left[\frac{x_{iA} \cdot m_A}{\sum_{i=1}^{n} x_{iA} \cdot M_i} \right]}{\sum_{A=1}^{p} \left[\frac{m_A}{\sum_{i=1}^{n} x_{iA} \cdot M_i} \right]} \qquad (1)$$

unde:

x_i fracţia molară a componentului i în amestecul final, i=1...n;

P numărul total de constituenţi ca gaze primare (pure);

n numărul total al constituenţilor amestecului final;

m_A masa gazului primar A, stabilită prin cântărire, A=1...P

M_i masa molară a componentului i=1...n;

x_{iA} fracţia molară a componentului i în gazul primar A, i=1...n, A=1...P.

Activitatea de producere şi certificare a ERCG este procedurată pe faze de la iniţiere până la utilizarea şi conservarea lor. În figura 1 se prezintă diagrama fluxului tehnologic pe fazele de execuţie şi certificare (etalonare) a ERCG.

În cele ce urmează se va discuta modul de abordare a estimării incertitudinilor de măsurare la certificarea compoziţiilor ERCG, considerându-se că fazele tehnologice propriu-zise (pregătirea buteliilor, a gazelor primare, a condiţiilor generale de lucru, mijloacele de măsurare, instalaţiile utilizate la realizarea etaloanelor, efectuarea operaţiilor de cântărire, înainte şi după umplerea succesivă a constituenţilor amestecurilor), sunt prezentate pe larg în procedurile de execuţie [2-4].

Pentru fiecare etapă din secvenţa de preparare se listează toate sursele de incertitudine, respectiv toţi factorii care pot influenţa compoziţia amestecului rezultat. Funcţie de echipamentul şi metoda utilizată, precum şi de nivelul prezumat al incertitudinii tolerate raportat la rezultatul final, aceste surse de erori pot fi neglijate sau trebuie luate în calcul. În procesul de validare a metodei trebuie să se arate dacă sursa de erori se menţionează sau nu.

Printre principalele surse de erori se menţionează:

– **erori în relaţie cu balanţa (u_m) şi cu greutăţile (u_w)**: rezoluţia balanţei, exactitatea de măsurare (inclusiv liniaritatea), incertitudinea stabilirii punctului de zero, deriva (efecte legate de timp şi condiţiile termice), instabilitatea datorată curenţilor de aer, localizarea buteliei pe platan, erorile datorate greutăţilor folosite, efectele de forţă ascensională la greutăţile folosite;

– **erori în legătură cu butelia**: manipularea mecanică a buteliei (pierderi de metal, vopsea, etichete la suprafaţa buteliei, pierderi de metal la robinete, impurităţi depuse pe butelie, robinet), efecte de adsorbţie/desorbţie la suprafaţa externă a buteliei, efectele de forţă ascensională (la butelia respectivă, temperatura buteliei diferă de aerul ambiant datorită încălzirii la umplere, modificarea volumului buteliei în timpul umplerii, modificarea densităţii aerului, temperatura, presiunea aerului, umiditatea, conţinutul de CO_2), incertitudinea la determinarea volumului extern al buteliei;

– **efectele forţei ascensionale (u_B, u_{exp})** datorate efectului de multiplicare între cântăririle efectuate în diferite condiţii atmosferice şi diferenţele de volum ale obiectelor supuse cântăririi;

– **gazul rezidual (u_R)** datorate purjării cu azot şi vidării înainte de umplere;

– **impuritatea gazelor primare**;

– **incertitudinea maselor molare (u_M)** calculate din masele atomice oferite de publicaţiile IUPAC;

– **erori în legătură cu gazele componente ale amestecului**: existenţa gazului rezidual în butelie, neetanşeităţi (scurgeri de aer în butelie după vidare, scurgeri de gaz de la robinetul buteliei în timpul umplerii, scurgeri de gaze de la butelie după umplere, scăpări de gaze de la butelie spre liniile de transfer), efecte de adsorbţie/reacţie a componenţilor la suprafaţa internă a buteliei, reacţii între componenţi, impurităţi în gazele primare, insuficientă omogenizare a amestecului, incertitudinea stabilirii masei moleculare.

Unele dintre aceste contribuţii la incertitudine pot fi determinate prin măsurări repetate (**evaluare de tip A** a incertitudinii de măsurare), cum ar fi abaterea standard la cântăririle repetate. Pentru o corectă caracterizare a măsurărilor sub control statistic se foloseşte o estimată compusă sau globală a varianţei s_p^2 (sau o abatere standard experimentală globală s_p). În astfel de cazuri, când valoarea măsurandului q se determină din n observaţii independente, varianţa experimentală a mediei aritmetice $\overline{q}$ a observaţiilor medii este estimată mai bine prin s_p^2/n decât prin $s^2(\overline{q})/n$ şi incertitudinea standard este $u = s_p/\sqrt{n}$.

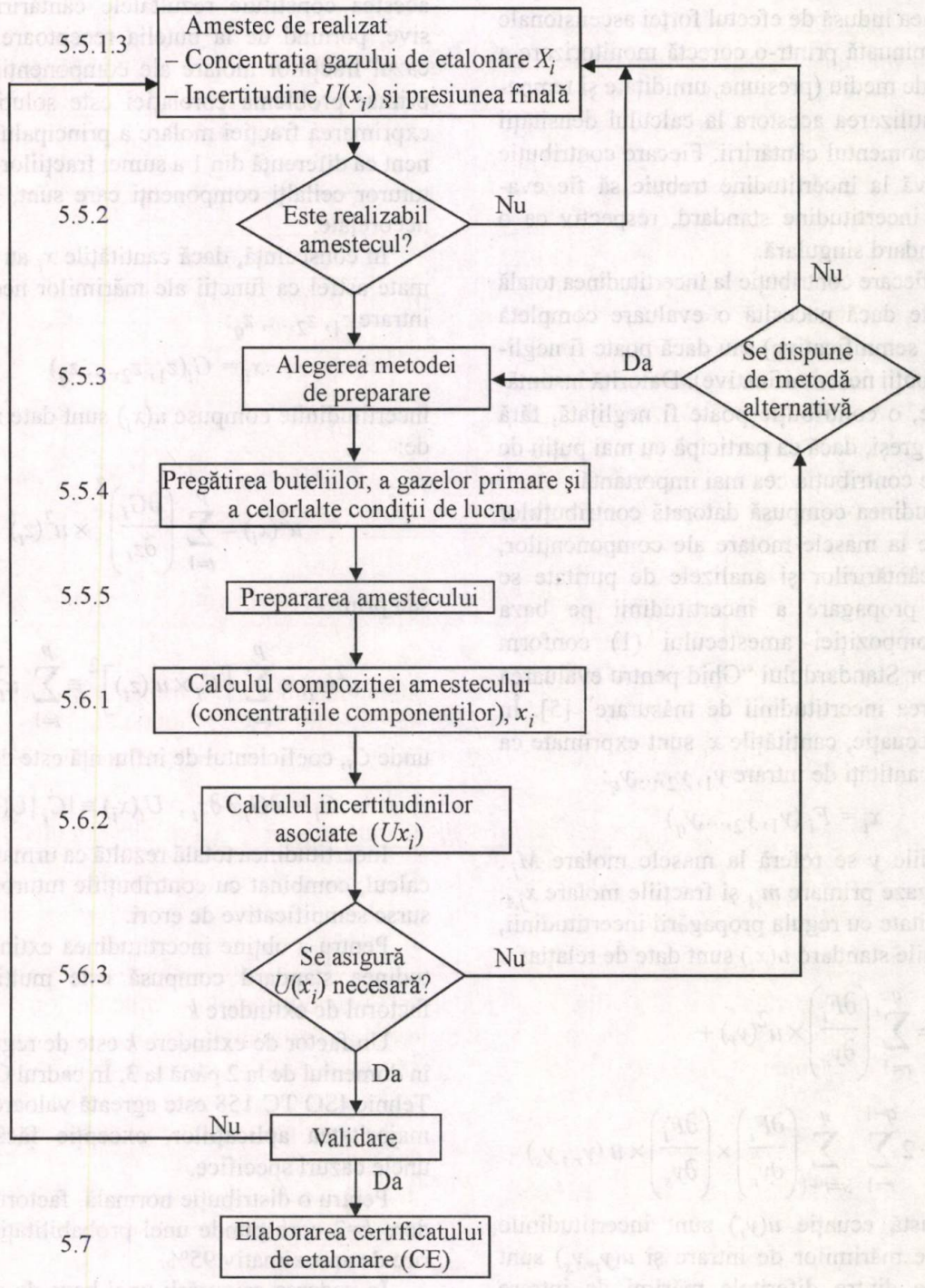


Figura 1 Diagrama fluxului tehnologic pe fazele de execuţie şi certificare a ERCG

Pentru contribuţii la incertitudine care nu pot fi estimate prin măsurări repetate (**evaluare de tip B** a incertitudinii de măsurare), trebuie să se facă o evaluare realistă. Aceasta se aplică, de exemplu, la efectele de adsorbţie/desorbţie şi efectele termice asupra balanţei, care influenţează balanţa. Variaţia unor parametri poate fi diminuată prin monitorizarea şi/sau controlul acestora şi calcularea ulterioară a unor factori de corecţie. De exemplu, incertitudinea indusă de efectul forţei ascensionale poate fi diminuată printr-o corectă monitorizare a condiţiilor de mediu (presiune, umiditate şi temperatură) şi utilizarea acestora la calculul densităţii aerului la momentul cântăririi. Fiecare contribuţie semnificativă la incertitudine trebuie să fie evaluată ca o incertitudine standard, respectiv ca o abatere standard singulară.

Pentru fiecare contribuţie la incertitudinea totală se stabileşte dacă necesită o evaluare completă (contribuţii semnificative) sau dacă poate fi neglijată (contribuţii nesemnificative). Datorită însumării pătratice, o contribuţie poate fi neglijată, fără teama de a greşi, dacă ea participă cu mai puţin de 1/10 faţă de contribuţia cea mai importantă.

Incertitudinea compusă datorată contribuţiilor rezultate de la masele molare ale componenţilor, rezultatul cântăririlor şi analizele de puritate se obţine ca propagare a incertitudinii pe baza ecuaţiei compoziţiei amestecului (1) conform prescripţiilor Standardului "Ghid pentru evaluarea şi exprimarea incertitudinii de măsurare" [5]. În respectiva ecuaţie, cantităţile x_i sunt exprimate ca funcţii a q cantităţi de intrare $y_1, y_2,...,y_q$:

$$x_i = F_i(y_1, y_2,...,y_q)$$

unde funcţiile y se referă la masele molare M_j, masele de gaze primare m_A şi fracţiile molare x_{jA}. În conformitate cu regula propagării incertitudinii, incertitudinile standard $u(x_i)$ sunt date de relaţia:

$$u^2(x_i) = \sum_{r=1}^{q} \left(\frac{\partial F_i}{\partial y_r}\right) \times u^2(y_r) +$$

$$+ 2 \sum_{r=1}^{q-1} \sum_{s=r+1}^{q} \left(\frac{\partial F_i}{\partial y_r}\right) \times \left(\frac{\partial F_i}{\partial y_s}\right) \times u(y_r, y_s)$$

În această ecuaţie $u(y_r)$ sunt incertitudinile standard ale mărimilor de intrare şi $u(y_r,y_s)$ sunt covarianţele dintre diferitele mărimi de intrare între care există corelaţii.

Corelaţii există, de exemplu, între masele diferitelor gaze primare m_A, m_B dacă sunt determinate ca diferenţe între rezultatele cântăririlor succesive. Corelaţii există, de asemenea, între fracţiile molare x_{jA}, x_{kA} ale diferiţilor componenţi din acelaşi gaz primar, datorită faptului că aceste fracţii molare se cumulează la unitate. Astfel de tipuri de corelaţii por fi evitate luând în considerăre mărimile de intrare primare. În cazul maselor gazelor primare, acestea constituie rezultatele cântăririlor succesive, pornind de la butelia receptoare vidată. În cazul fracţiilor molare ale componenţilor gazului primar problema corelaţiei este soluţionată prin exprimarea fracţiei molare a principalului component ca diferenţă din 1 a sumei fracţiilor molare ale tuturor ceilalţi componenţi care sunt, în general, necorelate.

În consecinţă, dacă cantităţile x_i au fost exprimate astfel ca funcţii ale mărimilor necorelate de intrare $z_1, z_2,..., z_q$:

$$x_i = G_i(z_1, z_2,..., z_q)$$

incertitudinile compuse $u(x_i)$ sunt date mai simplu de:

$$u^2(x_i) = \sum_{t=1}^{p} \left(\frac{\partial G_i}{\partial z_t}\right)^2 \times u^2(z_t)$$

sau prin:

$$u^2(x_i) \equiv \sum_{t=1}^{p} \left[C_i \times u(z_t)\right]^2 \equiv \sum_{t=1}^{p} u_t^2(x_i)$$

unde C_i, coeficientul de influenţă este dat de:

$$C_i = \partial G_i / \partial z_t, \quad U_t(x_i) \equiv |C_i| U(z_t)$$

Incertitudinea totală rezultă ca urmare a acestui calcul, combinat cu contribuţiile tuturor celorlalte surse semnificative de erori.

Pentru a obţine incertitudinea extinsă, incertitudinea standard compusă este multiplicată cu factorul de extindere k.

Un factor de extindere k este de regulă cuprins în domeniul de la 2 până la 3. În cadrul Comitetului Tehnic ISO TC 158 este agreată valoarea 2 pentru majoritatea aplicaţiilor, excepţie făcând numai unele cazuri specifice.

Pentru o distribuţie normală, factorul de extindere k=2 corespunde unei probabilităţi de acoperire de aproximativ 95%.

În vederea asigurării unei baze de etaloane de referinţă (ERCG) corespunzătoare necesarului

Colectivului Concentrație de Gaze al INM, s-au preparat pe cale gravimetrică un număr de 40 de amestecuri etalon pornindu-se de la următoarele gaze primare de puritate înaltă și certificată de producători: O_2, CO, CO_2, H_2, CH_4, C_2H_4, C_3H_8, C_4H_{10} drept constituenți de etalonare și N_2 sau aer drept gaze diluante (matrice gazoasă).

Rezultatele obținute sunt prezentate în tabelul 1.

Fiecare amestec etalon realizat prezintă o fișă care conține rezultatele determinărilor gravimetrice și bilanțul corespunzător de incertitudini al fiecărui constituent sub formă tabelară. Primele două tabele conțin rezultatele cântăririlor efectuate înainte, respectiv după introducerea fiecărui gaz; următoarele două tabele conțin sursele de incertitudini la cântărire, pentru fiecare secvență de preparare, precum și contribuțiile acestora la incertitudinea finală.

Prelucrările rezultatelor experimentale au fost efectuate cu programe speciale (personalizate fiecărei aplicații sau prelucrări numerice), elaborate de membrii colectivului în limbajul de programare C^{++}.

În tabelele următoare se prezintă fișa tehnologică de realizare a unui amestec oarecare (de exemplu amestecul 7), cu concentrație finală $2{,}0 \times 10^{-2}$ (fracție volumică) CO/N_2.

Tabelul 1

Nr. crt.	Serie butelie	Componentele amestecului etalon	Concentrația constituentului de etalonare și incertitudinea standard compusă, fracții volumice
0	1	2	3
1	51503	CO/N_2	$(88 \pm 20) \times 10^{-6}$
2	44882	CO/N_2	$(279 \pm 20) \times 10^{-6}$
3	95320	CO/N_2	$(1010 \pm 50) \times 10^{-6}$
4	67701	CO/N_2	$(1110 \pm 50) \times 10^{-6}$
5	1122	CO/N_2	$(3965 \pm 50) \times 10^{-6}$
6	DB6349	CO/N_2	$(6730 \pm 50) \times 10^{-6}$
7	05392	CO/N_2	$(2{,}00 \pm 0{,}02) \times 10^{-2}$
8	372740	CO/N_2	$(6{,}50 \pm 0{,}07) \times 10^{-2}$
9	933685	CO_2/N_2	$(8{,}28 \pm 0{,}08) \times 10^{-2}$
10	22182	CO_2/N_2	$(4{,}55 \pm 0{,}05) \times 10^{-2}$
11	14935	CO_2/N_2	$(9{,}00 \pm 0{,}09) \times 10^{-2}$
12	213E768	CO_2/N_2	$(14{,}50 \pm 0{,}14) \times 10^{-2}$
13	DB9409	CO_2/N_2	$(19{,}00 \pm 0{,}19) \times 10^{-2}$
14	41463	O_2/N_2	$(1{,}10 \pm 0{,}01) \times 10^{-2}$
15	1090	O_2/N_2	$(2{,}00 \pm 0{,}02) \times 10^{-2}$
16	22036	O_2/N_2	$(2{,}30 \pm 0{,}02) \times 10^{-2}$
17	16386	O_2/N_2	$(3{,}10 \pm 0{,}03) \times 10^{-2}$
18	35920	O_2/N_2	$(4{,}80 \pm 0{,}05) \times 10^{-2}$
19	15031	O_2/N_2	$(10{,}25 \pm 0{,}10) \times 10^{-2}$
20	80144	O_2/N_2	$(15{,}80 \pm 0{,}16) \times 10^{-2}$
21	80204	H_2/Aer	$(0{,}630 \pm 0{,}006) \times 10^{-2}$
22	42959	H_2/Aer	$(1{,}00 \pm 0{,}01) \times 10^{-2}$
23	34949	H_2/Aer	$(2{,}10 \pm 0{,}01) \times 10^{-2}$

Tabelul 1 (continuare)

0	1	2	3
24	349406	H_2/Aer	$(3{,}20 \pm 0{,}03) \times 10^{-2}$
25	88029	H_2/N_2	$(52{,}0 \pm 0{,}5) \times 10^{-2}$
26	350512	CH_4/N_2	$(0{,}440 \pm 0{,}004) \times 10^{-2}$
27	233886	CH_4/Aer	$(1{,}40 \pm 0{,}01) \times 10^{-2}$
28	276637	CH_4/Aer	$(3{,}70 \pm 0{,}04) \times 10^{-2}$
29	371893	C_2H_4/Aer	$(0{,}890 \pm 0{,}009) \times 10^{-2}$
30	30579	C_3H_8/Aer	$(3100 \pm 50) \times 10^{-6}$
31	80174	C_4H_{10}/Aer	$(0{,}560 \pm 0{,}006) \times 10^{-2}$
32	DB6395	C_4H_{10}/N_2	$(0{,}800 \pm 0{,}008) \times 10^{-2}$
33	16469	CO/N_2	$(45 \pm 5) \times 10^{-6}$
34	80008	CO/N_2	$(60 \pm 5) \times 10^{-6}$
35	3867	CO/N_2	$(200 \pm 10) \times 10^{-6}$
36	16478	CO/N_2	$(370 \pm 10) \times 10^{-6}$
37	41299	CO/N_2	$(831 \pm 20) \times 10^{-6}$
38	350489	CO/N_2	$(1999 \pm 20) \times 10^{-6}$
39	16444	CO/N_2	$(9{,}0 \pm 0{,}1) \times 10^{-2}$
40	3993699	CH_4/Aer	$(2{,}70 \pm 0{,}08) \times 10^{-2}$

Amestecuri CO/N_2 (etalon 7, butelie serie 05392)

I) Dozarea CO

– valoare propusă a concentrației amestecului etalon: $2{,}2 \times 10^{-2}$ fracție volumică CO/N_2

– serie recipient-butelie *R* (referință): 15 526

P (piesă): 05 392

– gaz de etalonare: CO (p = 2,2 bar; m = 25,7400 g)

Tabelul 2

Nr. det.	Sarcina pe talere		Elongație			Poz. de echil.	Dif. între mase	Dif. medie	Val. unei div.	Dif. între mase
	Stâng	Drept	e_1	e_2	e_3	P div	D div	D_m div	V_d mg/d	mg
1	*R*	T_1	7,9	10,6	8,1	9,30				
2	*P*	T_1	4,6	10,0	4,7	7,32	–1,98			
3	*P*	T_1	3,9	10,9	4,1	7,45		–1,84	128,21	–235,58
4	*R*	T_1	7,8	10,5	7,8	9,15	–1,70			
5	*R+s*	T_1	10,5	15,5	10,7	13,05				
6	*R+m*	T_2	7,3	10,3	7,4	8,82				
7	*P+M*	T_2	6,6	10,7	6,9	8,73	–0,10			
8	*P+M*	T_2	6,3	10,6	6,4	8,48		–0,29	143,88	–41,37
9	*R+m*	T_2	7,1	10,7	7,3	8,95	–0,47			
10	*R+m+s*	T_2	10,8	13,9	11,1	12,43				

– valori obținute în urma cântăririi CO:
m = 23,2058 g;
M = 23,4000 g.

II) Dozarea N_2

– serie recipient-butelie R (referință): 15 526
P (piesă): 05 392

– gaz diluant (balans): N_2 (p = 97,8 bar; m = 1144,260 g)

Tabelul 3

Nr. det.	Sarcina pe talere		Elongație			Poz. de echil.	Dif. între mase	Dif. medie	Val. unei div.	Dif. între mase
	Stâng	Drept	e_1	e_2	e_3	P div	D div	D_m div	V_d mg/d	mg
1	R	T_1	8,8	10,1	8,9	9,48				
2	P	T_1	10,7	13,1	11,2	12,03	2,55			
3	P	T_1	10,5	13,9	10,8	12,27		2,52	198,02	500,00
4	R	T_1	9,2	10,3	9,3	9,78	2,50			
5	$R+s$	T_1	11,2	13,1	11,8	12,30				
6	$R+m$	T_2	7,6	12,0	7,7	9,82				
7	$P+M$	T_2	8,2	11,6	8,3	9,93	0,10			
8	$P+M$	T_2	8,8	11,4	8,9	10,13		0,01	243,90	3,05
9	$R+m$	T_2	8,2	12,1	8,4	10,20	–0,07			
10	$R+m+s$	T_2	9,5	14,9	9,7	12,25				

– valori obținute pentru N_2 introdus în butelie:
m = 1147,097 g;
M = 1146,600 g.

III) Calculul maselor de CO și N_2 și estimarea incertitudinilor asociate la realizarea etalonului de CO/N_2

– cântărirea CO

Tabelul 4

Mărime X_i	Estimație x_i g	Incertitudine standard $U(x_i)$ mg	Distribuție de probabilitate	Coeficient de sensibilitate (c_i)	Contribuții la incertitudinea standard $u_i(y)$ mg	Sursa incertitudinii
m_m	23,400	5,39	normală	1	5,39	$a + h$
u_m	–0,05	0,18	normală	1	0,18	j
u_B	0,09	0,37	normală	1	0,37	a
m_x	23,440				5,405	

– cântărirea N_2

Tabelul 5

Mărime X_i	Estimaţie x_i g	Incertitudine standard $U(x_i)$ mg	Distribuţie de probabilitate	Coeficient de sensibilitate (c_i)	Contribuţii la incertitudinea standard $u_i(y)$ mg	Sursa incertitudinii
m_R	1146,600	5,03	normală	1	5,03	$a + h$
u_m	0,23	0,16	normală	1	0,16	j
u_B	0,147	3,89	normală	1	3,89	a
u_{exp}	0,28	3,46	dreptunghiulară	1	3,46	$h + d$
u_R	0,015	0,92	dreptunghiulară	1	0,92	b
m_x	1147,272				6,819	

IV) Concentraţia finală a amestecului (ERCG):

$$C = (2{,}00 \pm 0{,}02) \times 10^{-2} \ (k{=}2)$$

3 Concluzii

Lucrarea prezintă metodologia de preparare şi certificare a etaloanelor de referinţă de concentraţie de gaze (ERCG), dezvoltată sub forma procedurată de laboratorul Concentraţie Gaze INM în scopul asigurării calităţii corespunzătoare acestei activităţi. Crearea unei infrastructuri cât mai cuprinzătoare, adaptată necesarului de măsurări deosebit de diverse în domeniul gazanalitic, urmăreşte transmiterea corectă a unităţii de măsură a concentraţiei gazelor, conform schemei proprii de ierarhizare după exactitate a mijloacelor de măsurare specifice.

Necesitatea lărgirii bazei de ERCG este dictată de apariţia şi proliferarea sistemelor de măsurare analitică de înaltă tehnologie, cu principii de măsurare noi şi tot mai performante, capabile să prelucreze rezultatele măsurărilor cu incertitudii mici chiar pentru domenii de concentraţie foarte coborâte (la nivelul $10^{-6}...10^{-9}$ fracţii molare, masice sau volumice).

Concret, ţinându-se seama de documentaţia normative internaţionale specifice, referitoare la prepararea amestecurilor etalon şi la evaluarea incertitudinilor de măsurare asociate acestor materiale de referinţă, a fost elaborată procedura de realizare a etaloanelor precum şi metodologia de calcul în vederea determinării compoziţiei şi estimării incertitudinilor de măsurare.

Au fost preparate 40 de amestecuri etalon de concentraţie de gaze folosind metoda gravimetrică; pentru concentraţii la nivelul 10^{-2} fracţii volumice dozarea a fost făcută prin diluţie simplă, metoda diluţiilor succesive fiind folosită pentru niveluri ale concentraţiilor constituenţilor de etalonare de 10^{-6} fracţie volumică.

Evaluarea incertitudinilor de măsurare permite utilizarea acestora ca materiale de referinţă certificate în vederea materializării unităţii de măsură a concentraţiei de gaze şi asigurarea pe verticală a trasabilităţii măsurărilor până la nivelul mijloacelor de măsurare de lucru.

BIBLIOGRAFIE

[1] *König-Georgescu P.*, Contribuţia INM la creşterea exactităţii de măsurare în domeniul analizei de gaze, 1999;

[2] Procedură de execuţie cod PE-INM-07.02-001. Realizarea şi certificarea etaloanelor de referinţă de concentraţie de gaze (ERCG), 1999;

[3] Procedură de execuţie cod PE-INM-07.02-002, Realizarea şi certificarea etaloanelor de lucru de concentraţie de gaze (ELCG), 1999;

[4] Instrucţiune de lucru cod IL-INM-07.02-001, Recepţia, manipularea, depozitarea, conservarea şi livrarea recipientelor-butelii cu gaze sub presiune, 1999;

[5] SR-ISO 13434-99 "Ghid pentru evaluarea şi exprimarea incertitudinii de măsurare" (varianta română a documentului ISO "Guide to the evaluation and expression of uncertainty in measurement" – 1995).

SCHEMA DE IERARHIZARE DUPĂ EXACTITATE A ETALOANELOR DE UMIDITATE GAZE

Victoriţa PĂUN[*)]
Ioan CÂRNEANU[*)]

Abstract: *The paper presents the hierarchy scheme based on accuracy of the gas humidity standards and the dissemination methods for the humidity measurement unit, in order to provide the uniformity of the measurements and the required equivalence of the metrological properties of humidity standards, as well as the compliance with the dissemination schemes recommended by the relevant international organizations.*

Résumé: *L'article présente le schéma d'hiérarchisation selon l'exactitude des étalons d'humidité des gases et les méthodes de dissemination de l'unité de mesure capables d'assurer l'uniformité des mesurages aussi que l'équivalence des propriétés métrologiques des étalons, aussi que la conformité avec les schemas recommendés par les organisations internationales.*

1 Introducere

Documentul prezintă schema de ierarhizare a mijloacelor de măsurare a mărimii umiditate gaze şi metodele de transmitere a unităţii de umiditate gaze de la etalonul internaţional la mijloacele de măsurare uzuale.

Schema de ierarhizare conţine caracteristicile metrologice fundamentale ale tuturor etaloanelor (internaţionale, primare, de referinţă şi de lucru) din domeniul umiditate gaze în scopul asigurării uniformităţii internaţionale a măsurărilor.

Necesitatea întocmirii şi existenţei acestor scheme de ierarhizare pentru fiecare mărime fizică constă în faptul că mijloacele de măsurare trebuie etalonate pentru a dobândi şi a-şi menţine precizia de măsurare prescrisă. Fiecare mijloc de măsurare este etalonat în raport cu un etalon, a cărui precizie este superioară preciziei mijlocului de măsurare. La randul său, etalonul respectiv este etalonat prin comparaţie cu un etalon de precizie mai înaltă.

Ansamblul comparaţiilor prin care fiecare mijloc de măsurare a unei mărimi fizice este etalonat în raport cu un etalon corespunzător de precizie superioară, constituie *transmiterea unităţii de măsură* respective până la totalitatea mijloacelor de măsurare care măsoară acea mărime.

Prezenta schemă de ierarhizare conţine etaloane primare şi etaloane de referinţă, respectiv de lucru, care au fost adaptate la posibilităţile şi cerinţele actuale ale ţării noastre, dar a căror incertitudine corespunde schemei de ierarhizare, în scopul asigurării uniformităţii internaţionale a măsurărilor.

În domeniul umidităţii gazelor principalii parametrii măsuraţi cel mai adesea de higrometrele utilizate în industrie sunt: raportul de amestec, temperatura punctului de rouă sau de îngheţ şi umiditatea relativă.

Într-un laborator de metrologie competent şi corect dotat, umiditatea unui gaz poate fi măsurată pe baza unui raport (r) dintre masa vaporilor de apă conţinuţi într-un gaz şi masa de gaz uscat.

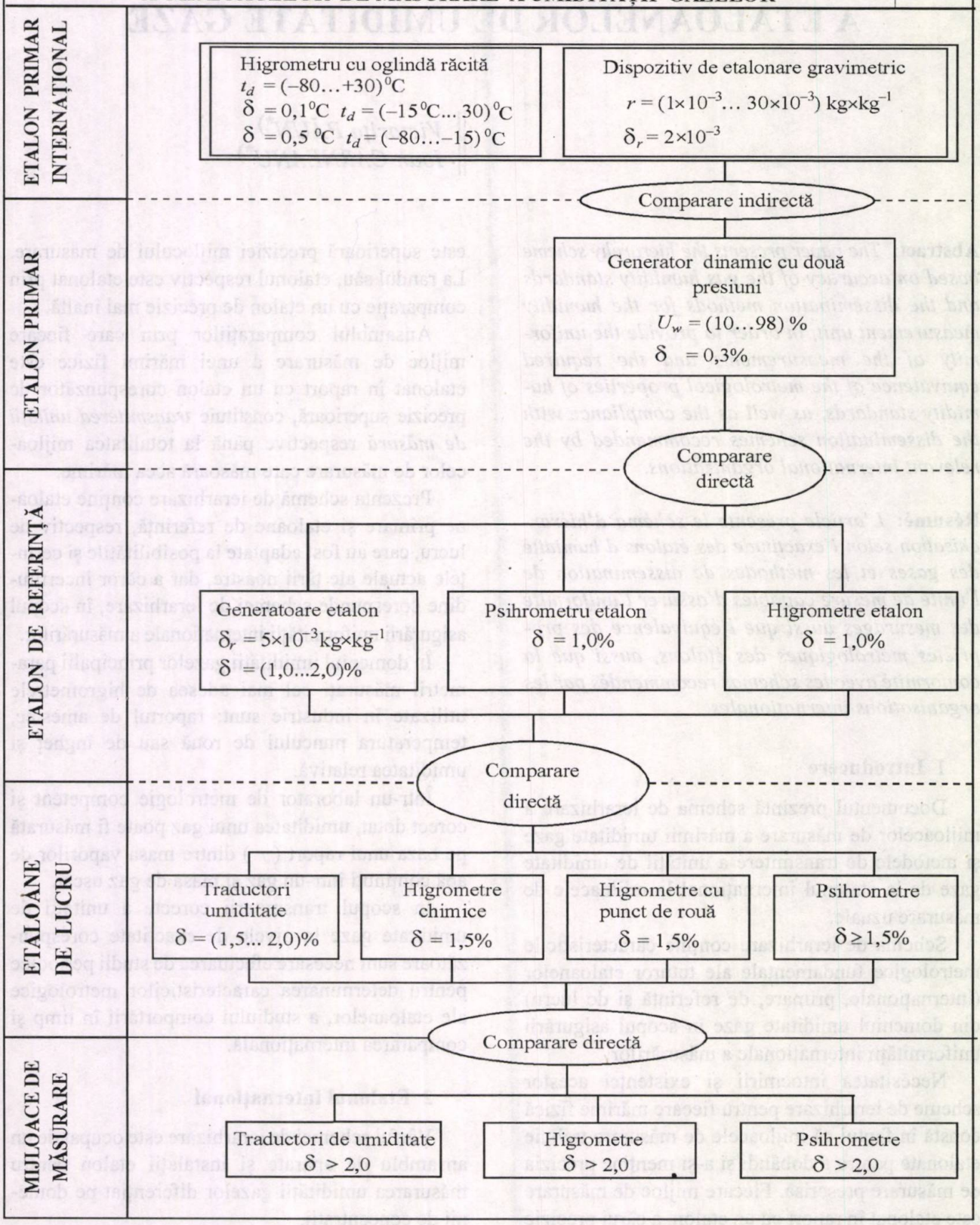
În scopul transmiterii corecte a unităţii de umiditate gaze la nivele de exactitate corespunzătoare sunt necesare efectuarea de studii periodice pentru determinarea caracteristicilor metrologice ale etaloanelor, a studiului comportării în timp şi compararea internaţională.

2 Etalonul internaţional

Vârful schemei de ierarhizare este ocupat de un ansamblu de aparate şi instalaţii etalon pentru măsurarea umidităţii gazelor diferenţiat pe domenii de concentraţii.

*) Institutul Naţional de Metrologie, şos. Vitan Bârzeşti nr. 11, sector 4, Bucureşti.

SCHEMA DE IERARHIZARE DUPĂ EXACTITATE A MIJLOACELOR DE MĂSURARE A UMIDITĂȚII GAZELOR



Notă: δ_r incertitudine relativă extinsă
δ incertitudine absolută extinsă
U_W umiditate relativă

Metoda care poate fi considerată în prezent ca cea mai precisă în higrometrie se bazează pe utilizarea unui *generator gravimetric*.

Metoda constă în separarea completă cu ajutorul unui sistem de desicare a aerului uscat şi a vaporilor de apă la o masă dată de aer umed, măsurându-se separat masa vaporilor de apă din aer şi masa de aer uscat. Se obţine direct raportul de amestec, (r), care este o mărime de bază în definirea umidităţii.

Principiul acestei metode este foarte simplu dar realizarea unui generator gravimetric poate fi foarte complexă şi foarte costisitoare dacă se doreşte atingerea unui grad mare de exactitate.

Generatorul gravimetric de la NIST (National Institute of Sciences and Technologies – Washington U.S.A) care este considerat ca referinţă în domeniu permite determinarea unui raport de amestec cu o incertitudine relativă de 2×10^{-3} în domeniul de variaţie a raportului de amestec: $(1 \times 10^{-3} ... 30 \times 10^{-3})$ kg $\times$kg^{-1}.

Deşi instalaţii de acest tip există la NPL (Marea Britanie) şi la PTB (Germania) ca referinţă în domeniu rămâne tot NIST.

3 Etalonul Primar

Există patru metode principale de a genera continuu şi reglabil aer umed: generatorul cu amestec, generatorul cu două presiuni, generatorul cu două temperaturi şi generatorul cu recirculare.

Prezenta schemă de ierarhizare conţine generatorul cu două presiuni realizat în cadrul I.N.M.B

Metoda constă în saturarea aerului la o presiune (p_1) şi la o temperatură (T_1) şi apoi destinderea la temperatura (T_2) constantă şi presiunea (p_2) pentru a obţine în camera de încercare umiditatea dorită.

Domeniul de măsurare a generatorului cu două presiuni este: (10,0...98,0) % iar incertitudinea de măsurare este: 0,3 % la un factor de extindere de k=2.

4 Etalonul de referinţă şi de lucru

Soluţiile saturate de săruri sunt larg utilizate ca generatoare etalon statice de referinţă în controlul şi verificarea mijloacelor de măsurare a umidităţii relative, conform recomandării O.I.M.L R 121.

Metoda de verificare utilizând soluţiile saturate de săruri este bazată pe starea de echilibru dintre fazele solidă-lichidă-gazoasă, care se explică prin faptul că presiunea de vapori a apei deasupra suprafeţei de lichid este diferită pentru fiecare sare utilizată (pentru un punct fix de umiditate) şi depinde de temperatura la care se realizează măsurarea.

Domeniul de măsurare este (2,0...98,0)% într-un interval de temperatură de la +5,0°C la 80,0°C iar incertitudinea de măsurare este +1,0%<UR<+2,0%.

Tot ca etalon de referinţă este şi *psihrometrul electric cu aspiratie* larg utilizat pentru verificarea şi etalonarea mijloacelor de măsurare de exactitate inferioară.

Domeniul de măsurare este (5,0...100,0)% iar incertitudinea este 1,0 %.

Etaloanele de lucru prezentate în schema de ierarhizare pot servi la etalonarea şi verificarea mijloacelor de măsurare care au nivel de exactitate inferior.

În schema de ierarhizare se disting două metode de transmitere a valorilor de umiditate:

- metoda de măsurare indirectă este metoda prin care valoarea măsurandului este obţinută din valoarea (sau valorile) măsurate ale altei (sau altor mărimi), legate printr-o dependenţă funcţională de măsurand.
- metoda directă este metoda prin care valoarea măsurandului este obţinută nemijlocit, şi nu prin măsurarea altor mărimi legate funcţional cu măsurandul.

Mijloacele de măsurare de lucru sunt aranjate în schema de ierarhizare în grupe de racordare la etaloanele de lucru, atât pe baza principiului lor de măsurare cât şi a mărimii măsurate.

BIBLIOGRAFIE

[1] DI Cinquième avant-projet – Schéma de hiérarchie des instruments de mesure de l'Humidité des gaz;

[2] *B. Cretinon*, CETIAT – Mesures des parametres de l'air humide, Etalonnage des hygrometres, les méthodes de reference, p. 23-25;

[3] SR 13251 – Vocabular internaţional de termeni fundamentali şi generali în metrologie.

ETALONUL SECUNDAR DE UMIDITATE RELATIVĂ

Victoriţa PĂUN[*)]
Ioan CÂRNEANU[*)]

Abstract: *The paper presents the secondary standard for relative humidity of air, consisting in a static generator with solutions of saturated salts and describes the way this standard is used at the National Institute of Metrology in order to properly disseminate the measurement unit for relative humidity of air with the appropriate accuracy.*

Résumé: *L'article présente l'étalon secondaire pour l'humidité relative de l'air, qui consiste en un générateur statique avec des solutions saturées des sels, et décrie le mode d'emploi de cet étalon à l'Institute National de Métrologie en vue de disseminer correctement l'unité de mesure pour l'humidité relative de l'air avec l'exactitude approprié.*

1 Introducere

În conformitate cu o schemă de ierarhizare după exactitate a mijloacelor de măsurare a umidităţii aerului, elaborată sub formă de proiect de [1], etaloanele secundare ale acestei mărimi sunt: higrometre etalon pentru umiditate joasă şi medie, psihrometre etalon şi generatoare etalon care pot fi, la rândul lor, statice şi dinamice.

Etalonarea acestor tipuri de mijloace de măsurare se face prin comparări directe şi, respectiv, prin comparări indirecte atât între ele cât şi cu etaloanele primare.

Etalonul de umiditate relativă a aerului a cărui prezentare face obiectul prezentului articol este un generator de umiditate cu soluţii saturate de săruri, de tip static, realizat în cadrul I.N.M.

Acesta este un etalon secundar care serveşte pentru reproducerea scării de umiditate relativă în intervalul (3,0...98,0) %

2 Descrierea etalonului secundar

Generatorul etalon secundar de umiditate relativă cu soluţii saturate de săruri este constituit dintr-un set de 11 higrostate termostatate, incinte închise etanş care conţin câte o soluţie higrostatică, respectiv soluţii saturate ale unei sări aflate în echilibru termodinamic în sistem de faze solid – lichid – amestec aer + vapori de apă la o anumită temperatură şi presiune, a cărei suprafaţă liberă de lichid separă deasupra sa un volum în fază gazoasă (aer + vapori de apă). Valoarea umidităţii relative reproduse cu ajutorul soluţiilor higrostabile, în condiţii de echilibru termodinamic, în sistemul de trei faze, reprezintă un punct fix de umiditate.

Generatoarele de umiditate de acest tip denumite şi cu "puncte fixe de umiditate", au ca elemente componente principale: incintă închisă etanş, termostatată sau izolată termic, vas cu soluţie higrostatică, termometru.

Cele 11 săruri utilizate ca puncte fixe de umiditate, precum şi valoarea umidităţii relative în echilibru, în funcţie de temperatură, din 5°C în 5°C, în intervalul (5,0...80,0)°C pentru fiecare din ele, cât şi incertitudinea de atribuire a acestor valori, sunt prezentate în O.I.M.L. R 121 [2].

3 Modul de lucru şi prelucrarea rezultatelor

3.1 *Modul de lucru*

Etalonul care serveşte la caracterizarea metrologică a generatorului etalon secundar de umiditate al I.N.M este un generator, etalon de referinţă de umiditate, cu două presiuni [3].

Acest etalon generează în regim dinamic aer cu un anumit conţinut de vapori de apă în întregul interval normal de umiditate (5,0...100,0)%, în intervalul de temperatură (20,0...30,0)°C.

Incertitudinea de determinare a umidităţii relative a aerului umed generat cu etalonul este de 0,3%.

*) Institutul Naţional de Metrologie, şos. Vitan Bârzeşti nr. 11, sector 4, Bucureşti.

Compararea generatorului de umiditate cu soluţii saturate de săruri cu generatorul cu două presiuni s-a efectuat în condiţii de referinţă mai precis:

– temperatură mediului ambiant: (20,0 ± 1,0)°C;
– presiunea atmosferică: (101 325 ± 1,333) Pa;
– umiditate relativă a aerului: (60,0 ± 5)%

Etape de măsurare

a) stabilirea prin calcul a valorii umidităţii relative a aerului la fiecare punct fix al scării internaţionale de umiditate conform metodologiei de lucru din lucrarea "Instalaţie higrometrică cu două presiuni";

b) realizarea succesivă a unor umidităţi cu aceleaşi valori în generatorul etalon cu două presiuni, repetand operaţia de la fiecare punct fix de umiditate de cinci ori;

c) măsurarea cu puntea RLC a semnalului electric de ieşire în unităţi de capacitate electrică, exprimate în unităţi de capacitate electrică în funcţie de umiditatea relativă;

d) transferarea senzorului electric de la generatorul de umiditate cu două presiuni la higrostate şi efectuarea de măsurări succesive ale capacităţii electrice la valorile punctelor fixe de umiditate ale scării internaţionale de umiditate a aerului;

e) stabilirea cu ajutorul curbelor determinate la punctul (*d*) a valorilor umidităţii relative generate de higrostate corespunzătoare valorilor semnalului electric – capacitate electrică – determinate la etapa (*d*).

3.2 *Prelucrarea rezultatelor*

Calculul incertitudinii de etalonare se face cu o metodologie prezentată în EAL–R 2 (4), respectiv Ghidul de evaluare a incertitudinii de măsurare [5].

Se prezintă un model de calcul a incertitudinii extinse pentru un punctul fix de umiditate relativă care a fost obţinut ca medie aritmetică a unui număr "*n*" de măsurări succesive, efectuate în condiţii de repetabilitate.

Pentru evaluarea incertitudinii de etalonare se urmează etapele:

Modelarea măsurării

Relaţia funcţională dintre măsurandul $Y \equiv UR$ şi mărimile de intrare X_i (i=1,2,3,5) care sunt mărimi necorelate este :

$$Y \equiv UR = f(X_1, X_2, X_3, X_4, X_5) =$$
$$= f(P.F.U, t, C, p{\times}a, \chi)$$

unde:

$PFU \equiv X_1$ = umiditate relativă a punctelor fixe de umiditate;
$t \equiv X_2$ = temperatura ambiantă;
$C \equiv X_3$ = umiditatea relativă măsurată cu un higrometru capacitiv sau cu un senzor de umiditate (capacitiv/rezistiv), etalonat în prealabil;
$p{\times}a \equiv X_4$ = puritatea sărurilor;
$\chi \equiv X_5$ = conductivitatea apei distilate.

Determinarea estimaţiilor de intrare x_i, respectiv a valorilor mărimilor de intrare X_i

Valorile mărimilor de intrare reprezintă date experimentale sau date preluate din informaţiile disponibile.

Evaluarea incertitudinii standard $u(x_i)$ a fiecărei estimaţii de intrare x_i

Evaluarea de tip A a incertitudinii standard:

Incertitudinea standard de tip A $u(x_i) = s(\bar{x})$ se calculează conform relaţiei:

$$S(\bar{x}) = \sqrt{S^2(\bar{x})} \qquad (2)$$

$$S^2(\bar{x}) = \frac{S^2(x_k)}{n} \qquad (3)$$

şi

$$S^2(x_k) = \frac{1}{n-1}\sum_{k=1}^{n}(x_k - x)^2 \qquad (4)$$

$$\bar{x} = \frac{1}{n}\sum_{k=1}^{n} x_k \qquad (5)$$

Varianţa experimentală a mediei $S^2(\bar{x})$ şi abaterea standard experimentală a mediei, $S(\bar{x})$, egală cu rădăcina pătrată pozitivă a lui $S^2(\bar{x})$, exprimă cantitativ cât de bine estimează $\bar{x}$ media statistică a lui x şi sunt oricare din ele drept măsură a incertitudinii lui $\bar{x}$.

Evaluarea incertitudinii de tip B

Sursele incertitudinilor standard de tip B sunt:

– incertitudinea datorată influenţei metodei de etalonare a punctelor fixe de umiditate, notat $u_{(pfu)}$, pentru o distribuţie normală, la o valoare a factorului de extindere k=2, conform O.I.M.L. R 121;

– incertitudinea datorată influenţei variaţiei temperaturii, notat $u_{(t)}$, pentru o distribuţie dreptunghiulară;

– incertitudinea datorată măsurării umidităţii relative cu un higrometru electronic (sau cu un

senzor de umiditate etalonat în prealabil), notat $u_{©}$, pentru o distribuție dreptunghiulară;

– incertitudinea datorată purității sării, notat $u_{(p.a)}$, pentru o distribuție dreptunghiulară;

– incertitudinea datorată apei distilate, $u_{(\chi)}$, pentru o distribuție dreptunghiulară.

Compunerea incertitudinilor standard se efectuează conform relației:

$$u_B = \sqrt{\sum_{i=1}^{5} u^2(x_i)} \qquad (6)$$

unde:

$u^2(x_i)$ sunt variațele contributorii la varianța umiditate relativă.

Componenta incertitudinii standard $u(x_i)$	Sursa de incertitudini	Valoarea incertitudinii standard $u(x_i)$ (%)	$c_i \equiv \frac{\partial f}{\partial x_i}$	$u_i \equiv c_i u(x_i)$ %
u_A	Șirul de măsurări	0,001	1	0,001
$U_{(pfu)}$	Realizarea punctelor fixe de umiditate	0,7	1	0,7
$u_{(t)}$	Temperatura	0,06	1	0,06
$u_{(C)}$	Măsurări realizate cu higrometrul electronic	0,86	1	0,86
$u_{(p.a)}$	Puritatea sării	0,02	1	0,02
$u_{(\chi)}$	Conductivitatea apei	0,01	1	0,01
			$u_C^2(ur) = \sum_{i=1}^{5} u_i^2(ur) = 1,2\ \%$	
			$u_C = 1,1\ \%$	

Evaluarea incertitudinii standard compuse

Luarea în considerare a tuturor variațelor contributorii ale *UR* se face conform relației:

$$u_C^2(UR) = \sum_{i=1}^{5} \left[\frac{\partial f}{\partial x_i}\right]^2 u^2(x_i) \qquad (7)$$

unde $u(x_i)$ sunt incertitudinile standard evaluate prin metodele de evaluare de tip A și de tip B.

Evaluarea incertitudinii extinse

Se folosește relația:

$$U = k\, u_C\,(UR) \qquad (8)$$

Unde k este un factor de extindere care are valori în domeniul de la 2 până la 3.

Înlocuind în relația (8) valoarea u_C și adoptând pentru k valoarea $k = 2$ corespunzătoare nivelului de încredere $P = 95{,}45$, se obține pentru U o valoare.

Pentru generatorul cu soluții saturate de săruri incertitudinea extinsă este:

$$1{,}0\ \% < U(UR) < 2{,}0\ \%$$

Prezentarea rezultatului ca bilanț de incertitudini

Pentru punctul fix de umiditate 4,3 % incertitudinea extinsă, evaluată pentru nivelul de încredere P=0,95, este $u_C(UR) = 2{,}0$ %.

4 Concluzii

Generatorul de umiditate cu soluții saturate de săruri a cărui prezentare a constituit obiectul prezentului articol satisface cerințele care se impun pentru utilizarea sa ca etalon secundar în domeniul metrologiei umidității relative a aerului.

Atribuirea valorilor umidității reproduse cu acest etalon se face cu o incertitudine de (0,5...1,0) %, la nivelul de încredere pentru abaterea standard 1σ, și respectiv (1,0...2,0) % la nivelul de încredere de 95 %, ceea ce satisface nevoile actuale din țară și este în concordanță cu caracteristicile etaloanelor similare străine.

În scopul transmiterii corecte a unității de umiditate relativă a aerului la nivele de exactitate corespunzătoare sunt necesare efectuarea de studii periodice pentru determinarea caracteristicile metrologice ale etaloanelor, a studiului comportării în timp și compararea internațională.

BIBLIOGRAFIE

[1] Cinquieme avant – proiect de Document Internațional – Schema de hierarchie des instruments de mesure de l'humidite des gaz

[2] R O.I.M.L 121, Scara de umiditate reprodusă cu soluții saturate de săruri

[3] *I. Manolache*, Instalație higrometrică cu două presiuni

[4] EAL-R2, Exprimarea incertitudinii de etalonare (EAL 1997)

[5] SR 13434, Ghid pentru evaluarea și exprimarea incertitudinii de măsurare

SCHEMA DE IERARHIZARE A MIJLOACELOR DE MĂSURARE A DENSITĂȚII

Gabriela MAREŞ[*)]

Abstract: *The paper presents the hierarchy scheme for density measuring instruments and establishes dissemination routes from the primary standards through secondary and reference standards towards working measuring instruments within the range 0.5 kg/m^3 ... 23 000 kg/m^3, indicating the calibration methods and the associated uncertainties. The traceability to the SI units for length and mass is provided using an absolute method for realizing and reproducing the measurement unit for density.*

Résumé: *L'article présente le schéma d'hiérarchisation des instruments de mesure pour la densité et institue des routes de dissemination pour l'unité de densité à partir des étalons primaires jusqu'aux instruments de mesure de travail dans l'intervalle 0.5 kg/m^3 ... 23 000 kg/m^3, en indiquant les méthodes d'étalonnement et les incertitudes associées. La traceabilité à les unités SI pour la longueure et pour la masse est assurée par une méthode absolue pour matérialiser et reproduire l'unité de densité.*

1 Introducere

Prezentul document stabileşte schema de ierarhizare a mijloacelor de măsurare a densităţii.

Schema de ierarhizare fixează ierarhia etaloanelor şi modul de transmitere a unităţii de densitate de la etaloanele primare la cele secundare, la cele de referinţă şi de lucru până la mijloacele de măsurare de lucru uzuale, în domeniul de măsurare de (0,5...23000) kg/m^3. Această schemă de ierarhizare defineşte o metodă absolută pentru reproducerea unităţii de densitate în concordanţă cu definiţia ei fizică. Astfel, pentru etalonul primar, mărimea unităţii de densitate se obţine direct din etaloanele primare de lungime şi masă, în timp ce etalonul secundar are mărimea unităţii de densitate obţinută din etalonul primar.

Genul de etaloane din fiecare ţară membră a OIML pot diferi în funcţie de nevoile şi cerinţele fiecărui stat, dar incertitudinea lor trebuie să corespundă schemei de ierarhizare, în scopul asigurării uniformităţii internaţionale a măsurărilor.

Schema de ierarhizare a mijloacelor de măsurare a densităţii asigură trasabilitatea, uniformitatea, exactitatea şi legalitatea măsurărilor şi stabileşte metodele de transmitere a unităţii de densitate de la etaloanele primare prin cele secundare şi de referinţă până la mijloacele de măsurare de lucru.

Transmiterea corectă a unităţii de densitate la nivele de exactitate corespunzătoare impune efectuarea de studii periodice pentru determinarea caracteristicilor metrologice ale etaloanelor, a comportării în timp şi compararea internaţională a etaloanelor.

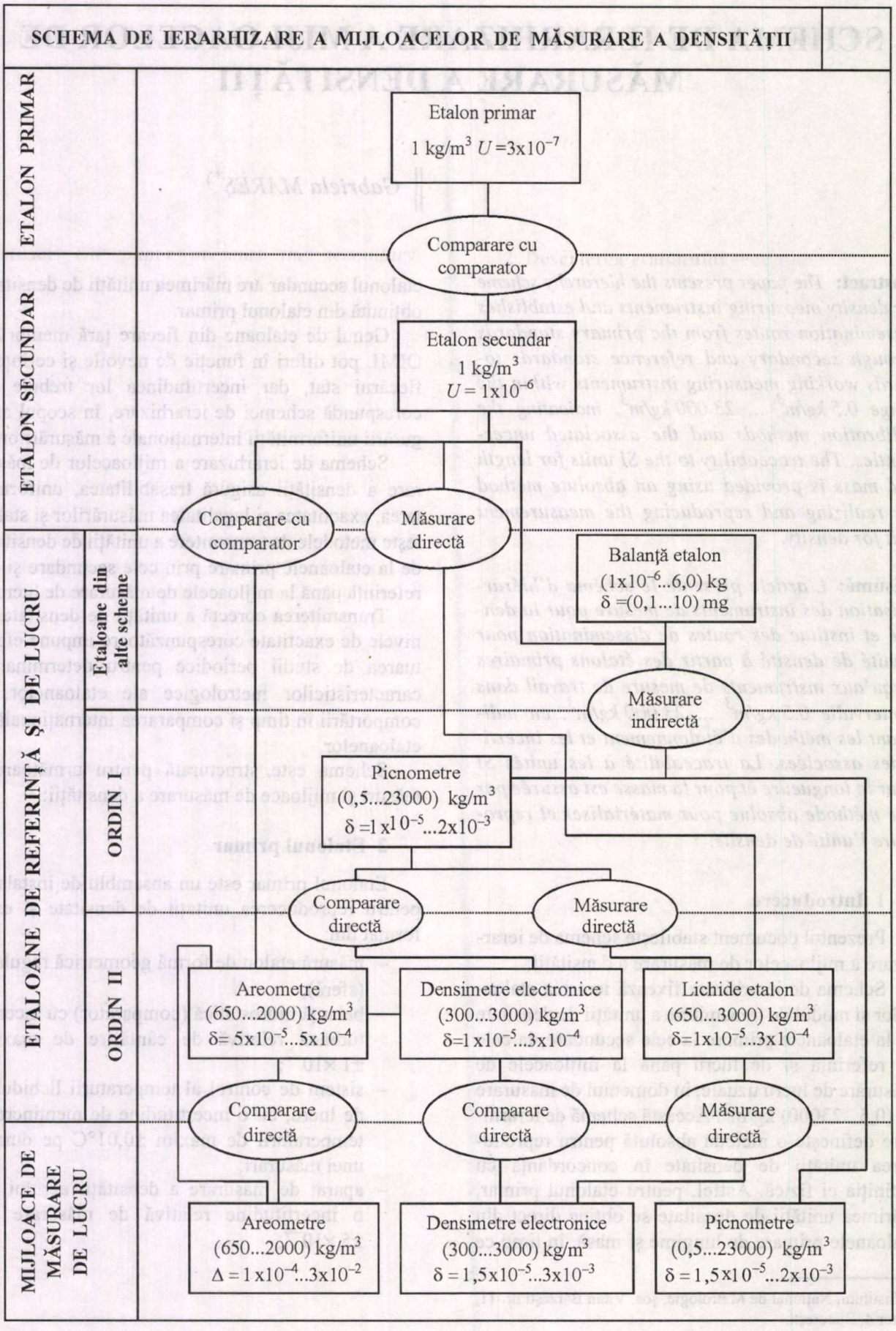
Schema este structurată pentru următoarele măsuri şi mijloace de măsurare a densităţii:

2 Etalonul primar

Etalonul primar este un ansamblu de instalaţii pentru reproducerea unitaţii de densitate şi este format din:

- măsură etalon de formă geometrică regulată (sferă);
- balanţă hidrostatică (comparator) cu incertitudinea relativă de cântărire de maxim $\pm 1 \times 10^{-7}$;
- sistem de control al temperaturii lichidului de lucru, cu o incertitudine de menţinere a temperaturii de maxim ±0,01°C pe durata unei măsurări;
- aparat de măsurare a densităţii aerului cu o incertitudine relativă de măsurare de $\pm 5 \times 10^{-4}$;

*) Institutul Naţional de Metrologie, şos. Vitan Bârzeşti nr. 11, sector 4, Bucureşti.


SCHEMA DE IERARHIZARE A MIJLOACELOR DE MĂSURARE A DENSITĂȚII
ETALON PRIMAR
ETALON SECUNDAR
ETALOANE DE REFERINȚĂ ȘI DE LUCRU
Etaloane din alte scheme
ORDIN I
ORDIN II
MIJLOACE DE MĂSURARE DE LUCRU
Etalon primar
1 kg/m3 U =3x10−7
Comparare cu comparator
Etalon secundar
1 kg/m3
U = 1x10−6
Comparare cu comparator
Măsurare directă
Balanță etalon
(1x10−6...6,0) kg
δ =(0,1...10) mg
Măsurare indirectă
Picnometre
(0,5...23000) kg/m3
δ =1 x10−5...2x10−3
Comparare directă
Măsurare directă
Areometre
(650...2000) kg/m3
δ= 5x10−5...5x10−4
Densimetre electronice
(300...3000) kg/m3
δ=1 x10−5...3x10−4
Lichide etalon
(650...3000) kg/m3
δ=1x10−5...3x10−4
Comparare directă
Comparare directă
Măsurare directă
Areometre
(650...2000) kg/m3
Δ = 1 x10−4...3x10−2
Densimetre electronice
(300...3000) kg/m3
δ = 1,5x10−5...3x10−3
Picnometre
(0,5...23000) kg/m3
δ = 1,5x10−5...2x10−3

Reproducerea unității de densitate cu etalonul primar se bazează pe măsurările de masă și volum ale măsurii etalon de formă geometrică regulată (sferei). Măsurările de masă și volum sunt realizate folosind etaloane de masă (kg) și lungime (m). Densitatea sferei trebuie să fie raportată la 20°C.

Incertitudinea relativă pentru reproducerea unității de densitate nu trebuie să depășească 3×10^{-7}, pentru nivelul de încredre $P^* = 95$ %.

Etalonul primar este folosit pentru transmiterea unității de densitate la etalonul secundar printr-o metodă de comparare cu ajutorul unui comparator (balanță hidrostatică).

3 Etaloane secundare

Etaloanele secundare ale unității de densitate sunt utilizate pentru transmiterea unității la picnometrele etalon (etaloane de referință) și la picnometrele de lucru folosind o metodă indirectă de măsurare; la densimetrele etaloane de lucru și la densimetrele de lucru; la densimetrele electronice de laborator și de flux folosind o metodă de comparare cu comparator și la lichide etalon de densitate prin măsurare directă.

Incertitudinea relativă pentru reproducerea unității de densitate de la etaloanele secundare nu trebuie să depășească 1×10^{-6}.

Un etalon secundar este compus din :

- măsură etalon de formă geometrică regulată (sferă);
- balanță hidrostatică (comparator) cu incertitudinea relativă de cântărire de maxim $\pm 5 \times 10^{-7}$;
- sistem de control al temperaturii lichidului de lucru, cu o incertitudine de menținere a temperaturii de maxim ±0,02°C pe durata unei măsurări;
- aparat de măsurare a densității aerului cu o incertitudine relativă de măsurare de $\pm 1 \times 10^{-3}$.

4 Etaloane de referință și de lucru

Sunt mijloace de măsurare etalon utilizate pentru etalonarea mijloacelor de măsurare etalon cu un nivel de exactitate inferior sau pentru verificarea mijloacelor de măsurare de lucru. Pentru mijloacele de măsurare etalon de referință și de lucru sunt prevăzute 2 ordine de exactitate , cu o incertitudine determinată pentru un nivel de încredere $P^* = 95\%$.

Transferul unității de densitate de la etaloanele secundare la cele de referință și de lucru se face prin intermediul unei balanțe etalon (etalon ce face obiectul altor scheme de ierarhizare) cu domeniul de măsurare (1×10^{-6}...6) kg și incertitudinea extinsă de cântărire, pentru nivelul de încredrere $P^* = 95$ %; nu trebuie să depășească 0,1 mg...10 mg.

Incertitudinea relativă a etaloanelor de ordinul I, pentru un nivel de încredere $P^* = 95$ %, nu trebuie să depășească 1×10^{-5}...2×10^{-3}.

Areometrele etalon cu domeniul de măsurare de la 650 kg/m^3 la 2000 kg/m^3 (etaloane de ordinul II) sunt folosite la verificarea areometrelor pentru apa de mare calibrate în unități de densitate relativă, areometrelor pentru alcool calibrate în % volumice, zaharometrelor calibrate în % masa și altor areometre calibrate în unități de densitate (kg/m^3); densimetrelor de flux și de laborator care au domeniul de măsurare cuprins între 300 kg/m^3 și 3000 kg/m^3.

Incertitudinea relativă a etaloanelor de ordinul II, pentru un nivel de încredere $P^* = 95$ %, nu trebuie să depășească 5×10^{-5}...5×10^{-4}.

Metodele de transmitere a unității de densitate de la etaloanele de referință și de lucru la mijloacele de măsurare de lucru, conform schemei de ierarhizare, sunt următoarele:

- metode prin comparație directă;
- metode de măsurare directă.

5 Mijloace de măsurare de lucru

Mijloacele de măsurare de lucru cuprind mijloace de măsurare care se verifică prin comparație cu mijloacele de măsurare etalon de referință.

Exactitatea mijloacelor de măsurare de lucru este caracterizată prin eroarea tolerată Δ sau prin valoarea diviziunii.

Metodele utilizate în transmiterea unității sunt următoarele :

- metode prin comparare directă;
- metode de măsurare directă.

Schema de ierarhizare a mijloacelor de măsurare a densității a fost realizată în scopul asigurării conformității cu schema analogă recomandată de organizațiile internaționale și pentru a asigura trasabilitatea, uniformitatea, exactitatea și legalitatea măsurărilor de densitate.

BIBLIOGRAFIE

[1] SR 13251:1995 "Termeni generali și fundamentali în metrologie"

[2] SR ISO 31-8/1995 "Mărimi și unități – Partea 8: Chimie fizică și fizică moleculară"

[3] RI OIML proiect "Hierarchy scheme for density measuring instruments"

[4] *A. Millea*, "Trasabilitate: cerințe, implicații, efecte" Metrologie, vol. XLIV, nr. 1/1997.

CONSIDERAŢII DESPRE APA DE UZ ANALITIC ŞI METODA CONDUCTOMETRICĂ

Victoriţa PĂUN[*)]
Ioan CÂRNEANU[*)]

Abstract: *The paper presents the physico-chemical characteristics of the water used in analytic chemistry applications and the methods used to prepare it, as well as the measurement uncertainty calculation associated with the electrolytic conductivity standards.*

Résumé: *L'article présente les caractéristiques physico-chimiques de l'eau utilisée dans des applications de chimie analytique et les méthodes de préparation, aussi que le calcul des incertitudes de mesurage associées à des étalons de conductivité électrolytique.*

1 Introducere

Sunt cunoscute şi bine fundamentate ştiintific metode şi tehnici de analiză şi sinteză a diferite substanţe organice şi anorganice. O importanţă deosebită se acordă în cazul analizelor chimice evaluării exactităţii rezultatelor măsurărilor şi a influenţei acestora de la o etapă la alta a unui proces analitic complex. Din acest punct de vedere o mare importanţă trebuie acordată purităţii substanţelor folosite în procesul analitic. În marea majoritate a analizelor organice şi parţial organice, apa este utilizată ca electrolit, ca substanţă de referinţă sau ca substanţă etalon. De aceea atunci când se pune problema realizării unui etalon este imperios necesară cunoaşterea şi definirea parametrilor fizico-chimici şi de exactitate ai acestuia.

2 Clasificarea apelor de uz analitic

Conform ISO 3696/1995 – Apa pentru laboratoare analitice, se iau în considerare trei tipuri de ape în funcţie de domeniul de aplicabilitate al acesteia.

a) Apa de calitatea I

Apa complet lipsită de ioni dizolvaţi sau în stare coloidală şi materii organice. Se utilizează pentru analize care necesită condiţiile cele mai severe, inclusiv cele referitoare la cromatografie în faza lichidă de înaltă performanţă. Se prepară din ape de calitatea II printr-un tratament adecvat (osmoza inversă, deionizare urmată de filtrare prin membrană cu diametrul de 0,2 μm, redistilare în aparat de cuarţ).

b) Apa de calitatea II

Apa cu conţinut scăzut de substanţe anorganice, organice sau coloidale. Se utilizează pentru analize sensibile precum spectrofotometria de absorbţie atomică (SAA) sau determinarea elementelor la nivel de urme. Se prepară prin distilare multiplă, deionizare multiplă sau osmoză inversă urmată de distilare.

c) Apa de calitatea III

Apa utilizată pentru majoritatea lucrărilor de chimie din laboratoare pentru prepararea soluţiilor de reactivi. Se prepară, de exemplu, printr-o singură distilare, prin deionizare sau prin osmoză inversă. Fără alte indicaţii contrare, poate fi utilizată pentru lucrări analitice curente.

Notă. Se presupune că apa folosită ca materie primă este apa potabilă.

Nota 1. Din cauza dificultăţilor care intervin la măsurarea pH-ului apei de înaltă puritate şi datorită semnificaţiei îndoielnice a valorilor obţinute, limitele de pH pentru apele de calitatea I şi II nu au putut fi specificate.

Nota 2. Valorile de conductivitate pentru apele de calitatea I şi II se aplică pentru apa proaspăt preparată; în timpul consevării conductivitatea apei poate varia din cauza contaminării datorate CO_2 din atmosferă sau alcalinităţii provenite de la recipienţii de sticlă.

*) Institutul Naţional de Metrologie, şos. Vitan Bârzeşti nr. 11, sector 4, Bucureşti.

Caracteristicile necesare apelor de uz analitic

Parametru	Calitatea I	Calitatea II	Calitatea III
pH, 25°C	Nu se aplică Vezi nota 1	Nu se aplică Vezi nota 1	5,0...7,5
Conductivitate, 25°C max. mS/m	0,01 Vezi nota 2	0,01 Vezi nota 2	0,5
Substanţe oxidabile, conţinut de oxigen max. mg/l	Nu se aplică Vezi nota 3	0,08	0,4
Absorbanţa la 254 nm cu o cuvă de 1 cm max	0,001	0,01	Nu se specifică
Reziduu după evaporare şi încălzire la 110°C max. mg/kg	Nu se aplică Vezi nota 3	1	2
Conţinut în SiO_2 max. mg/l	0,01	0,02	Nu se specifică

Nota 3. Limitele cantităţii substanţelor oxidabile şi a reziduurilor după evaporare pentru apa de calitatea I nu au putut fi indicate din cauza dificultăţilor de control la acest nivel de puritate.

Calităţile acestui tip de apă sunt date de alte caracteristici şi asigurate prin metoda de preparare.

Eşantionare

Un eşantion reprezentativ este de aproximativ 2L. Acest eşantion nu poate fi utilizat pentru determinarea conductivităţii apelor de calitatea I şi II.

Eşantionul trebuie păstrat într-un recipient etanş utilizat numai pentru conservarea probelor de apă. Pot fi utilizate recipiente "îmbătrânite" (recipiente introduse 2 h într-o soluţie de HCl de 1 mol/l la fierbere, apoi două fierberi a câte 1h în apă distilată) în pahare din borosilicat sau recipiente din material plastic inert (polietilenă sau polipropilenă).

Consevare

Contaminarea în timpul conservării se poate datora dizolvării constituenţilor solubili din sticlă sau din materialele plastice şi datorită CO_2 din atmosferă sau a altor impurităţi prezente în atmosfera laboratorului. Din această cauză, conservarea apei de calitatea I şi II nu este recomandată. A se prepara aceste calităţi de apă, după nevoi, pentru utilizare imediată.

Totuşi, apa de calitatea II poate fi preparată în cantităţi rezonabile şi conservată în recipienţi din material inert, etanş şi spalaţi cu apă de aceeaşi calitate.

Conservarea apei de calitatea III prezintă mai puţine probleme, dar condiţiile de conservare şi recipienţii trebuie să fie asemănătoare celor indicate pentru apa de calitatea II.

Este recomandat ca recipienţii să fie folosiţi în exclusivitate la conservarea apei de aceeaşi calitate.

3 Metoda conductometrică

Este o metodă deosebit de rapidă de determinare a gradului de puritate al apelor. Din punct de vedere al limitei de detecţie, există aparate de laborator şi industriale care determină conductivităţi de min. 18 $(M\Omega\ cm)^{-1}$.

Conductometrele se definesc ca fiind un ansamblu constituit din aparatul propriu-zis şi celula de conductivitate, folosit la determinarea conductivităţii electrolitice a diferitelor soluţii în laboratoarele de protecţie a mediului, biologie, medicină, cercetare etc.

3.1 *Terminologie*

Conductivitatea electrolitică (γ) este definită de formula:

$$\gamma = J/E \quad S/m$$

unde:

J densitatea de curent electric, A/m^2

E intensitatea câmpului electric, V/m

Deoarece valorile mărimilor J şi E sunt dificil de determinat, măsurarea conductivităţii electrolitice este efectuată prin compararea cu un electrolit etalon a cărui conductivitate electrolitică este cunoscută.

Constanta celulei de conductivitate electrolitică, k:

$$k = l/A$$

unde:

l distanţa dintre electrozii celulei de conductivitate electrolitică,

A secţiunea transversală a coloanei de electrolit situată între electrozi, m^2.

Complexitatea unei determinări exacte a caracteristicilor geometrice a celulei a făcut ca, în practică, constanta să fie determinată printr-o metodă indirectă folosind soluţii electrolitice cu valoarea conductivităţii electrolitice cunoscută.

Utilizând această metodă, constanta celulei este calculată după formula:

$$k = \gamma R$$

unde:

γ conductivitatea electrolitică a soluţiei etalon, S/m,

R rezistenţa electrică a electrolitului, Ω

Coeficientul de temperatură al conductivităţii electrolitice, α, este dat de formula:

$$\alpha_{25} = 100(\gamma_\theta - \gamma_{25})/\gamma_{25}(\theta - 25)$$

unde: γ_{25} şi γ_θ reprezintă conductivităţile electrolitice la temperaturile de 25°C respectiv θ°C.

3.2 *Procedura de realizare a materialelor de referinţă certificate (MRC) în domeniul conductivităţii electrolitice*

Soluţiile etalon de conductivitate electrolitică sunt soluţii care se obţin prin metoda absolută (metoda gravimetrică) şi dozare volumetrică.

Soluţiile etalon de lucru sunt soluţii etalon a căror conductivitate electrolitică este determinată prin metoda comparaţiei cu soluţii etalon de conductivitate electrolitică, utilizând ca etalon de transfer celula etalon de conductivitate electrolitică.

3.2.1 Soluţii etalon de conductivitate electrolitică

Sunt recomandate următoarele soluţii etalon de conductivitate electrolitică:

Tabelul 1

Masa de KCl, g la 1000 g soluţie	Conductivitatea electrolitică, S/m		
	Temperatura, °C		
	0	18	25
71,1352	6,514	9,781	11,131
7,41913	0,7134	1,1163	1,2852
0,745263	0,07733	0,12201	0,14083

Tabelul 2

Masa KCl, g la 1000 g soluţie	Conductivitatea electrolitică la 25°C, S/m
0,37329	0,07182
0,14932	0,02916
0,07466	0,01469

O altă modalitate de preparare a soluţiilor etalon de conductivitate electrolitică pe bază de clorură de potasiu, are în vedere prepararea unor concentraţii molare după următoarea procedură:

a) Soluţia etalon A de concentraţie 0,1 mol/L

Se dizolvă 7,456 g KCl (uscată în prealabil la 105°C, timp de 2 ore), în balon cotat de 1000 mL, după care se aduce la semn cu apă demineralizată.

Conductivitatea electrolitică a acestei soluţii la 25°C este de 12 900 μS/cm.

b) Soluţia etalon B de concentraţie 0,01 mol/L

Se diluează 100 mL soluţie A la 1 000 mL cu apă demineralizată a cărei conductivitate electrolitică este de max. 1μS/cm.

Conductivitatea electrolitică a acestei soluţii la 25°C are valoarea de 1410 μS/cm.

c) Soluţia etalon C de concentraţie 0,001 mol/L

Se diluează soluţia B la 1000 ml cu apă demineralizată.

Conductivitatea electrolitică a acestei soluţii la 25°C este de 147 μS/cm.

Prin diluţii în proporţii corespunzătoare se obţin şi alte soluţii etalon de conductivitate electrolitică ale căror valori sunt prezentate în tabelul 3.

Apa de diluţie
– demineralizată sau bidistilată.

Conductivitatea electrolitică a apei de diluţie la 25°C trebuie să fie de max. 2μS/cm.

Tabelul 3

Concentraţia KCl mol/l	γ_{25} µS/cm
0,0005	74
0,001	147
0,005	720
0,01	1 410
0,02	2 770
0,05	6 700
0,1	12 900
0,2	24 800

3.2.2 Etalonarea celulei de conductivitate electrolitică

Operaţii pregătitoare:

Înainte de începerea operaţiei de etalonare a celulelor de conductivitate electrolitică este necesar:

- să se controleze modul de fixare a electrozilor celulei şi starea suprafeţei acestora;
- să se degreseze celula cu un produs ales în funcţie de materialul din care sunt construiţi electrozii şi corpul celulei. După degresare celula se spală repetat cu apă distilată sau apă demineralizată.

Etalonarea propriu-zisă:

Se spală celula de cel puţin cinci ori cu o soluţie etalon, după care este introdusă într-un recipient ce conţine o soluţie identică. Se introduce apoi recipientul într-un termostat la temperatura de (25,00 ± 0,05)°C.

Frecvenţa tensiunii electrice la care se face măsurarea este de 1000 Hz.

Se măsoară rezistenţa electrică a electrolitului între electrozii celulei după min. 30 min de menţinere a acesteia în termostat.

Constanta celulei de conductivitate electrolitică k, se calculează ca medie aritmetică a valorilor k_i (i = min. 3).

3.2.3 Evaluarea incertitudinii celulelor etalon de conductivitate electrolitică

Incertitudunea standard de tip A se calculează cu relaţia:

$$u_A = \frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}$$

unde:

x_i rezultatul celei de-a i-a măsurări;

x valoarea medie a rezultatelor celor n măsurări;

n numărul de măsurări.

Pentru evaluarea incertitudinii standard de tip B se au în vedere:

- incertitudinea soluţiilor etalon de referinţă, u_1
- incertitudinea de măsurare a conductanţei, u_2
- incertitudinea datorată variaţiei temperaturii de termostatare a soluţiilor etalon de conductivitate electrolitică.

În acest caz, calculul coeficientului de influenţă se face măsurând variaţia conductivităţii electrolitice cu variaţia de temperatură (dezvoltare empirică în serie Taylor limitată la ordinul I).

Soluţiile de clorură de potasiu (KCl) au o variaţie a valorii conductivităţii electrolitice de max. 2 % / °C.

- incertitudinea datorată influenţei conductivităţii electrolitice a apei utilizate pentru prepararea soluţiilor etalon, u_4.

Valoarea conductivităţii electrolitice a apei utilizate la prepararea soluţiilor etalon influenţează puternic soluţiile etalon de conductivitate de valori relativ mici (100...700) µS/cm.

Incertitudinea standard de tip B se calculează după formula:

$$u_B = (u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + u_4^2)^{1/2}$$

Evaluarea incertitudinii standard compuse

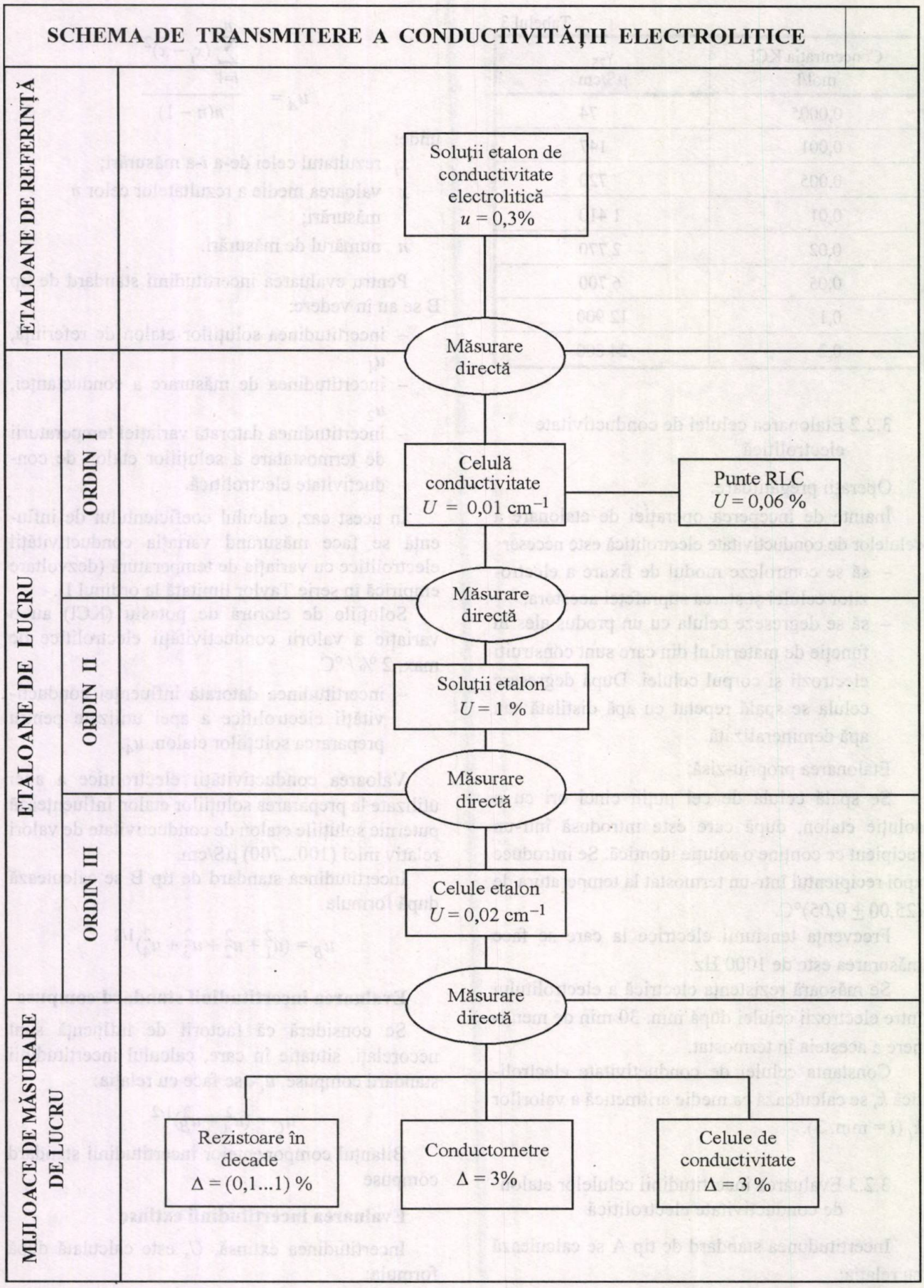
Se consideră că factorii de influenţă sunt necorelaţi, situaţie în care, calculul incertitudinii standard compuse, u_C, se face cu relaţia:

$$u_C = (u_A^2 + u_B^2)^{1/2}$$

Bilanţul componentelor incertitudinii standard compuse

Evaluarea incertitudinii extinse

Incertitudinea extinsă, U, este calculată după formula:


SCHEMA DE TRANSMITERE A CONDUCTIVITĂŢII ELECTROLITICE
ETALOANE DE REFERINŢĂ
Soluţii etalon de conductivitate electrolitică
u = 0,3%
Măsurare directă
ETALOANE DE LUCRU
ORDIN I
Celulă conductivitate
U = 0,01 cm−1
Punte RLC
U = 0,06 %
Măsurare directă
ORDIN II
Soluţii etalon
U = 1 %
Măsurare directă
ORDIN III
Celule etalon
U = 0,02 cm−1
Măsurare directă
MIJLOACE DE MĂSURARE DE LUCRU
Rezistoare în decade
Δ = (0,1...1) %
Conductometre
Δ = 3%
Celule de conductivitate
Δ = 3 %

Exemplu:

Componenta incertitudinii standard	Sursa de incertitudini	Valoarea incertitudinii standard	$u_i = c_i\, u(x_i)$ $c_i = 1$	
u_1	soluţii etalon de referinţă	0,3 %	0,3%	
u_2	conductanţa	0,06 %	0,06 %	
u_3	temperatura	0,02 %	0,02 %	
u_4	conductivitatea apei de diluţie	0,2%	2%	
			u_A	0,002 cm^{-1}
			u_B	0,004 cm^{-1}
			u_C	0,0045 cm^{-1}

$$U = k\, u_C$$

unde k = factor de acoperire ($k = 2$)

Concluzii

Transmiterea unităţii de măsură în domeniul conductivităţii electrolitice se realizează prin etalonarea/verificarea metrologică a mijloacelor de măsurare, având ca referinţă soluţii etalon de conductivitate electrolitică şi celule etalon de conductivitate electrolitică.

S-a prezentat modul de realizare a soluţiilor etalon de conductivitate electrolitică şi metoda de stabilire a constantei celulelor de conductivitate electrolitică.

În urma prelucrării rezultatelor experimentale, avându-se în vedere factorii de influenţă care pot afecta valorile soluţiilor etalon de conductivitate electrolitică, s-a evaluat că incertitudinea atribuită soluţiilor etalon de conductivitate electrolitică este de 0,3%, iar în cazul etalonării celulelor etalon de conductivitate electrolitică, incertitudinea cu care este atribuită constanta este de 1%.

Deoarece valoarea constantei celulelor de conductivitate electrolitică este direct influenţată de stabilitatea suprafeţei active a acestora care, la rândul ei, depinde de aderenţa stratului de negru de platină depus pe suprafaţa electrozilor, strat care, din diverse motive (natura sărurilor dizolvate, temperatura de lucru, şocuri mecanice, vibraţii etc.), suferă modificări geometrice, se impune etalonarea periodică a celulelor etalon de conductivitate electrolitică.

BIBLIOGRAFIE

[1] ISO 3696/1995 Apa pentru laboratoare analitice

[2] OIML, RI - 68-1985 Metoda de etalonare a celulelor de conductivitate electrolitică

[3] ISO 7888-1985 Calitatea apei. Determinarea conductivităţii electrolitice

[4] OIML, RI - 56-1981 Soluţii etalon de conductivitate electrolitică

[5] *Liteanu C., Rîcă I.*, Teoria şi metodologia statistică a analizei urmelor, "Scrisul românesc", 1979

[6] NML 0 - 01 - 94: "Metodologia de elaborare a normelor de metrologie legală"

[7] SR 13251-95: "Vocabular internaţional de termeni fundamentali şi generali în metrologie"

[8] SR ISO 31/8-95: "Mărimi şi unităţi. Chimie fizică şi fizică moleculară"

[9] SR ISO 31/11-95: "Mărimi şi unităţi. Semne şi simboluri matematice cu utilizare în ştiinţele fizice şi tehnică"

[10] SR ISO 5725/1-95: "Exactitatea metodelor de măsurare şi a rezultatelor măsurărilor"

INFORMAŢII

EURACHEM – Actualitate şi perspective

Comitetul Internaţional de Măsuri şi Greutăţi (CIPM), în sesiunea sa din septembrie a acestui an, a subliniat importanţa dezvoltării metrologiei mărimilor fizico-chimice. Datorită importanţei rezultatelor măsurărilor chimice în domenii sensibile ale societăţii, cum ar fi protecţia mediului înconjurător, sănătatea publică, securitatea şi siguranţa vieţii şi a activităţilor umane, producţia de bunuri de calitate etc., realizarea uniformităţii tuturor acestor măsurări precum şi asigurarea trasabilităţii lor se află în atenţia organismelor regionale şi internaţionale cu preocupări în domeniu.

Alături de CCQM (Comité Consultatif pour la Quantité de Matière) din cadrul BIPM şi de EUROMET (European Collaboration on Measurement Standards), un rol în continuă creştere îl are în Europa organizaţia EURACHEM.

Stabilită în Europa în 1989, EURACHEM este o reţea de organizaţii care şi-a asumat rolul de a ajuta comunitatea europeană de chimie analitică pentru a-şi îmbunătăţi calitatea măsurărilor chimice şi, respectiv, de a promova practica analitică de calitate.

EURACHEM a luat naştere efectiv în luna ianuarie 1990 o dată cu semnarea Memorandum-ului de Înţelegere de către 12 personalităţi din Austria, Belgia, Irlanda, R.F. Germania, Finlanda, Franţa, Italia, Norvegia, Spania, Suedia, Olanda şi Anglia, reprezentând fie organizaţii naţionale de metrologie, societăţi naţionale de chimie analitică, ministere economice sau laboratoare recunoscute pentru activitatea lor în domeniu. În următorii doi ani, Elveţia, Danemarca, Luxemburg, Portugalia, Grecia şi Islanda şi-au desemnat reprezentanţii în EURACHEM. Începând cu anul 1994, reţeaua de organizaţii EURACHEM s-a extins şi în ţările Europei Centrale şi de Est prin asocierea Cehiei, Ungariei, Poloniei, Rusiei şi Slovaciei, apoi, a Ciprului, Maltei şi Turciei (în 1997) şi, respectiv, a Lituaniei şi Sloveniei (în 1998). Fiecare ţară asociată şi-a stabilit organizaţii naţionale EURACHEM şi şi-a desemnat reprezentanţi în EURACHEM. Actualmente, secretariatul EURACHEM se află în Germania la Institutul Federal pentru Cercetarea şi Testarea Materialelor (BAM).

Având în vedere obiectivele stabilite în Memorandum-ul de Înţelegere, EURACHEM asigură un forum de dezbatere atât pentru organizaţiile europene cât şi pentru alte organizaţii pentru a promova adaptarea principiilor comune a măsurărilor analitice valide şi colaborarea pentru obţinerea recunoaşterii mutuale a rezultatelor analizelor chimice. Pentru aceasta, activitatea EURACHEM este concentrată în patru Grupe de lucru referitoare la Incertitudinea de măsurare, Încercări de capabilitate comune EA–EUROLAB–EURACHEM, Materiale de Referinţă şi Educaţie–Învăţământ şi s-a materializat în elaborarea a şase documente şi în organizarea a 12 ateliere (workshop). Dintre documentele elaborate şi editate de EURACHEM se evidenţiază Ghidul "Elaborarea incertitudinii în măsurările analitice" (1993). Bazat în întregime pe principiile conţinute de Ghidul ISO "Evaluarea şi exprimarea incertitudinii de măsurare", Ghidul EURACHEM, document de referinţă atât în acreditarea laboratoarelor de încercare, dar şi în lucrările de specialitate publicate, conţine exemple extrem de utile de aplicare a acestor principii în situaţia concretă a unor măsurări chimice: titrarea acido-bazică, analiza spectrofotometrică cu absorbţie atomică, analiza gaz-cromatografică şi analiza gravimetrică. Diseminarea rezultatelor şi a hotărârilor prin consens ale organizaţiilor membre şi asociate s-a realizat în cadrul workshop-urilor organizate pe teme de interes: Comparabilitate şi Trasabilitate, Incertitudinea de Măsurare, Încercări de Capabilitate, Asigurarea calităţii şi a bunei practici de laborator. Reprezentanţi din Institutul Naţional de Metrologie au participat cu comunicări în anii 1997 şi 1999 la două workshop-uri organizate de EURACHEM în Slovacia.

Având în vedere interesul crescut al unui număr mare de organizaţii economice, de cercetare, de acreditare-certificare, şi de învăţământ superior din România pentru obiectivele EURACHEM, în prezent se întreprind paşi importanţi pentru obţinerea unui consens naţional cât mai larg pentru înscrierea asociaţiei EURACHEM–România şi afilierea ei în reţeaua europeană EURACHEM. Dezvoltarea ulterioară a asociaţiei EURACHEM–România şi legăturile pe care le va stabili şi în cadrul infrastructurii metrologice existente asigură modalitatea optimă de armonizare a practicilor măsurărilor în chimie din România cu cele europene şi, respectiv, de integrare a României în structura existentă pe plan european.

Mirella Buzoianu

Când începe mileniul al treilea ?

Întrebarea a stârnit numeroase controverse, şi la noi şi la alţii, în diferite cercuri, în mass-media şi în multe alte împrejurări.

Răspunsul este însă unul singur: mileniul al treilea începe odată cu anul 2001, mai precis la 1 ianuarie 2001.

De ce ? (unii susţin că el a început deja, odată cu anul 2000). Răspunsul este simplu:

- fiindcă aşa s-a convenit, de către astronomi, istorici, antropologi, oameni de cultură şi personalităţi bisericeşti;
- este o chestiune de tradiţie, în întreaga lume;
- aşa se prevede de către principalele organisme internaţionale de standardizare, printre care ISO (Organizaţia Internaţională de Standardizare), de exemplu în ISO 8601:1988 şi în standardul european EN 28601:1992.

Dar care au fost motivaţiile acestei convenţii, cum se explică luarea unei hotărâri care aparent contrazice regulile metrologiei în privinţa unităţilor de măsură ?

Exprimarea cantitativă a oricărei mărimi fizice se face folosind o *scară de măsurare*, cu *repere* şi *intervale*. De exemplu, temperatura se exprimă cu ajutorul scării Celsius, al cărei reper zero corespunde, după cum se ştie, punctului de topire a gheţii. Între reperul zero şi reperul unu se află un interval de 1 °C (grad Celsius), care, prin convenţie, este intervalul zero al scării. Orice temperatură cuprinsă în acest interval se scrie utilizând o fracţie zecimală care începe cu cifra zero, de exemplu 0,753 °C. Tot convenţional, prin generalizare, fiecare interval al scării are denumirea *reperului limită inferior*; astfel, temperatura +38,15 °C aparţine intervalului dintre 38 °C şi 39 °C, care poate fi denumit interval "38" al scării. În mod similar, se exprimă mărimi fizice de cele mai diferite naturi: lungime, masă, tensiune electrică etc. Scrierea zecimală a valorilor numerice a făcut ca această practică să pară naturală, de la sine înţeleasă.

În ce priveşte exprimarea timpului, convenţia s-a păstrat numai la unităţile secundă, minut şi oră. Astfel, se vorbeşte despre ora zero (prima oră după miezul nopţii), minutul zero (primul minut al unei ore) şi secunda zero (prima secundă a unui minut); de pildă, ora exactă corespunzătoare miezului nopţii se scrie, simbolic, 00:00:00. În schimb, la unităţile de timp zi, săptămână, lună, an, secol şi mileniu această regulă nu se mai aplică: la acestea, *fiecare interval al scării de timp are denumirea reperului limită superior*. Deci, prima zi a unei luni este notată prin 1 (şi nu 0; prima zi a lunii martie este 1 martie, şi nu 0 martie !), prima lună a anului este notată cu 1, era noastră, după naşterea lui Christos, începe cu anul 1 (şi nu cu anul 0), cu secolul 1 şi respectiv cu mileniul 1 !

Încă o dată: aici este vorba de *intervale*, nu de *repere*. Numerotarea anilor înseamnă o numerotare de intervale, şi nu una de repere. Originea anilor este într-adevăr la reperul zero, dar intervalul de la reperul zero la reperul unu este denumit anul 1.

În consecinţă, fiecare secol începe cu un an de tipul XX01, secolul 20 a început cu anul 1901, iar secolul 21 (şi deci mileniul al treilea) va începe cu anul 2001.

Este bine aşa, este logic, este corect ştiinţific? Sunt întrebări inutile. Prin tradiţie, zilele, lunile, anii, secolele au fost numerotate *ordinal*, începând cu unu (nu cu zero). Un nou-născut se află în primul său an de viaţă, nu în anul al zero-lea ! Ca şi în limbajul de toate zilele, cuvintele şi expresiile sunt aşa cum le-am moştenit, multe dintre ele nu ascultă strict de reguli "moderne" sau de logică, totuşi le respectăm şi le folosim cu toţii.

Aurel Millea

Servicii oferite de Institutul Național de Metrologie

✓ **Institutul Național de Metrologie** execută, la cerere, etalonări și verificări metrologice în conformitate cu standardele române, norme de metrologie legală sau proceduri convenite cu solicitanții acestor lucrări, precum și pe baza recomandărilor OIML (Organizația Internațională de Metrologie Legală) sau ale altor organisme internaționale, ca ISO, CEI, CIE. Lucrările pot fi executate și conform prescripțiilor din documente ale unor organisme de standardizare din alte țări, ca de exemplu ASTM, DIN, VDE etc.

✓ **Institutul Național de Metrologie** garantează trasabilitatea la unitățile SI prin intermediul etaloanelor naționale ale României și a unor etaloane internaționale sau etaloane acceptate internațional. Rezultatele etalonărilor sunt consemnate în certificate de etalonare, cu specificarea incertitudinii de etalonare conform Ghidului ISO pentru exprimarea incertitudinii de măsurare (GUM).

✓ Tarifele pentru etalonări și verificări se stabilesc conform tarifelor aprobate pentru mijloacele de măsurare supuse controlului metrologic al statului, sau pe baza unor devize convenite cu solicitanții, ținând seama de costul lucrărilor.

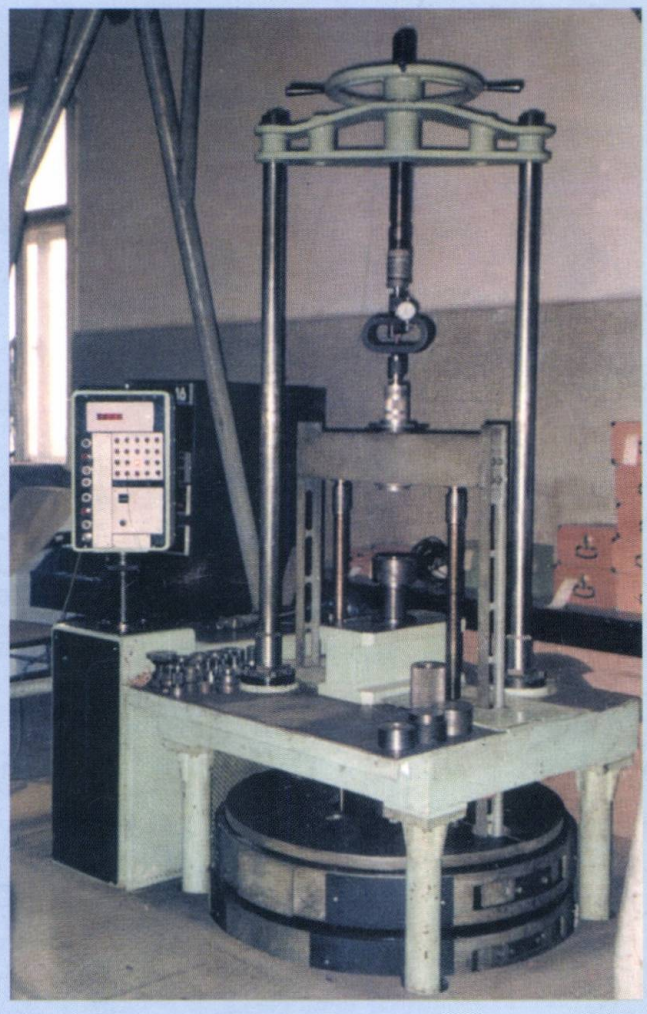
✓ **Institutul Național de Metrologie** execută, la cerere, încercări metrologice asupra modelelor mijloacelor de măsurare, precum și diferite servicii tehnice, cum sunt: măsurări și determinări de exactitate ridicată; studii, cercetări, evaluări de proiecte tehnologice și documente normative, consultanță în domeniul metrologiei și tehnicii măsurării; cursuri și strategii de perfecționare etc.

INM

E8225
FF
8 000001 093683

Nr. 2/2000

metrologie



MŰSZAKI INFORMÁCIÓS KÖZPONT ÉS KÖNYVTÁR 1883

ORSZÁGOS KÖZPONT ... KÖNYVTÁR 1993

SUMMARY

SONIA GAIȚĂ: On the evaluation of the measurement uncertainty at the defining fixed points of ITS-90 within the temperature range (0 ... 961.78) °C 34

NICOLAE FÂNTÂNARU, DAN HODOR: Recent developments regarding load cells characteristic 42

MIRELLA BUZOIANU: On the use of Spectrophotometric Reference Materials for the metrological calibration and testing of analytical spectrophotometers 49

DAN MIHAI ŞTEFĂNESCU: Progress and perspectives in measuring forces using electric methods 58

SOMMAIRE

SONIA GAIȚĂ: Sur l'évaluation de l'incértitude de mesure aux points fixes de définition de l'EIT-90 dans l'intervalle de températures (0 ... 961.78) °C 34

NICOLAE FÂNTÂNARU, DAN HODOR: Développements récentes concernant les caractéristiques des cellules de charge 42

MIRELLA BUZOIANU: Sur l'utilisation des matériaux de référence spectrométriques pour l'étalonnage et la vérification métrologique des spectrophotomètres analytiques 49

DAN MIHAI ŞTEFĂNESCU: Progrés et perspectives dans le mesurage des forces en utilisant des méthodes électriques 58

REDACȚIA

INSTITUTUL NAȚIONAL DE METROLOGIE

Şos. Vitan-Bârzeşti nr. 11, sector 4, tel. 3345060/127
şi 3345520; Bucureşti; 75669

ISSN 1200-546 X

EDIȚIE REALIZATĂ SUB ÎNGRIJIREA

Editurii Tehnice

Piața Presei Libere 1, sector 1, Bucureşti, cod poştal 71341,
tel. 222.66.30, fax 224.21.64

Cererile pentru abonamente vor fi adresate Editurii Tehnice S.A., Biroul de comenzi şi desfacere,
Bucureşti, str. Oteteleşeanu nr. 1, sector 1, cod poştal 70702. tel. 315.88.66
cont virament 2511.1 – 200.1 / ROL deschis la BCR sector 1.
Costul unui abonament anual este 96 000 lei.

METROLOGIE

Publicaţie tehnico-ştiinţifică

editată de

INSTITUTUL NAŢIONAL DE METROLOGIE

SUMAR

SONIA GAIŢĂ: Evaluarea incertitudinii de măsurare la punctele fixe de definiţie ale SIT-90 din domeniul de temperatură (0...961,78) °C 34

NICOLAE FÂNTÂNARU, DAN HODOR: Performanţe recente ale unor celule de măsurat sarcini 42

MIRELLA BUZOIANU: Aspecte ale utilizării materialelor de referinţă spectrometrice pentru etalonarea şi verificarea metrologică a spectrofotometrelor analitice 49

DAN MIHAI ŞTEFĂNESCU: Evoluţii şi perspective în măsurarea electrică a forţelor 58

*
* *

Colectivul de redacţie: dr. ing. Dragoş Boiciuc (*redactor responsabil*), Irina Stan (*secretar de redacţie*), dr. ing. chim. Mirella Buzoianu, ing. Gabriel Iordăchescu, fiz. Gheorghe Ispăşoiu, dr. ing. Aurel Millea, ing. Ionel Urdea.

EVALUAREA INCERTITUDINII DE MĂSURARE LA PUNCTELE FIXE DE DEFINIȚIE ALE SIT-90 DIN DOMENIUL DE TEMPERATURĂ (0...961,78) °C

Sonia GAIȚĂ*)

Abstract: *The paper presents a specific procedure for the practical evaluation of the uncertainty of measurement at the defining fixed points of ITS-90, within the temperature range from 0 °C to 961.78 °C. The influence on the electrical resistance determined at the fixed points is analysed for all relevant parameters and quantities. Measurement uncertainties are analysed and concretely evaluated at the triple point of water and the freezing point of zinc. The procedure presented for the freezing point of zinc can easily be replicated for any other freezing point.*

Résumé: *Cet article présente une procédure spécifique pour évaluer practiquement l'incértitude de mesure aux points fixes de définition de l'EIT-90 dans le domaine allant de 0 °C à 961.78 °C. L'influence de tous les paramètres et grandeurs d'influence qui affectent la résistance du thermomètre déterminée aux points fixes est analysée. Les incertitudes de mesure au point triple de l'eau et au point de congélation du zinc sont analysées et concrètement évaluées, la procédure décrite pour le zinc pouvant être appliquée à tout autre point de congélation.*

1 Introducere

În conformitate cu Scara Internațională de Temperatură din 1990 (SIT-90) [1], în domeniul de temperatură cuprins între 0 °C și 961,78 °C, temperatura T_{90} este definită cu ajutorul termometrului cu rezistor din platină etalonat la punctele fixe de definiție (tabelul 1).

Atunci când se raportează rezultatul unei măsurări este obligatoriu să se prezinte și incertitudinea evaluată a acestuia [2]. Ca urmare, în paralel cu efectuarea măsurărilor la punctele fixe, este necesar să se efectueze și evaluarea incertitudinii acestor măsurări. Evaluarea incertitudinii de măsurare la punctele fixe trebuie să fie făcută într-un mod deosebit de riguros deoarece orice eroare de evaluare se propagă la nivelurile inferioare ale lanțului ierarhic de măsurare și, în final, la utilizarea mijloacelor de măsurare a temperaturii.

Ghidul pentru evaluarea și exprimarea incertitudinii de măsurare (GUM) [2] este documentul de referință în ceea ce privește analiza incertitudinilor. Ghidul stabilește **reguli generale** pentru

Tabelul 1

Punctele fixe de definiție ale SIT-90 din domeniul de temperatură (0...961,78) °C

Număr	Temperatură		Substanță[a]	Tip[b]
	T_{90}/K	t_{90}/°C		
1	273,16	0,01	H_2O	T
2	505,078	231,928	Sn	S
3	692,677	419,527	Zn	S
4	933,473	660,323	Al	S
5	1234,93	961,78	Ag	S

[a] compoziție izotopică naturală.
[b] T: punct triplu (temperatură de echilibru între fazele solidă, lichidă și gazoasă); S: punct de solidificare (temperatură de echilibru între fazele solidă și lichidă la presiunea de 101 325 Pa).

*) Institutul Național de Metrologie, șos. Vitan Bârzești nr. 11, sector 4, București.

evaluarea şi exprimarea incertitudinilor măsurărilor şi nu **instrucţiuni detaliate**, specifice unor tehnici de măsurare [2]. Regulile formulate în GUM constituie baza din care pot fi derivate proceduri practice de evaluare.

Articolul de faţă propune o procedură specifică pentru evaluarea practică a incertitudinii de măsurare la punctele fixe de definiţie ale SIT-90 din domeniul de temperatură (0...961,78) °C. Procedura a fost deja aplicată în cadrul studiului efectuat în INM privind stabilitatea etalonului naţional al unităţii de temperatură în domeniul (0...420) °C [5].

2 Modelarea măsurării

Prima etapă de urmat pentru evaluarea incertitudinii o constituie modelarea măsurării. Modelarea măsurării îşi propune să dea o descriere matematică – funcţia de modelare – a procesului de măsurare, într-un mod în care toate mărimile – inclusiv corecţiile şi factorii de corecţie – care afectează rezultatul măsurării să fie luaţi în considerare. În cazul etalonării termometrelor cu rezistor din platină la punctele fixe de definiţie ale SIT-90, funcţia de modelare exprimă matematic relaţia dintre măsurand – rezistenţa electrică R_t determinată la temperatura fiecărui punct fix – şi mărimile de intrare $X_1, X_2, ..., X_N$ de care depinde acesta:

$$R_t = f(X_1, X_2, ..., X_N). \quad (1)$$

3 Mărimile de intrare

Analiza influenţei mărimilor de intrare de care depinde rezistenţa electrică determinată la punctele fixe din tabelul 1 are în vedere efectele sistematice şi aleatorii provocate de:

- ***sistemul de măsurare a rezistenţei electrice a termometrului etalon cu rezistor din platină***

Măsurarea rezistenţei electrice trebuie să se efectueze cu o punte de înaltă stabilitate, prevăzută cu posibilitatea selectării curentului de lucru şi a multiplicării acestuia cu $\sqrt{2}$, în scopul eliminării efectului de auto-încălzire. În general, o astfel de punte măsoară raportul $X = R_X/R_E$ dintre rezistenţa electrică R_X a termometrului etalon cu rezistor din platină şi rezistenţa electrică R_E a unui rezistor etalon. Rezistorul etalon se menţine la o temperatură constantă, prin imersarea sa într-o baie cu ulei termostată. Valoarea rezistenţei electrice a rezistorului etalon trebuie să fie corectată în funcţie de temperatură folosindu-se relaţia:

$$R_E = R_{20} [\, 1 + \alpha (t - 20) + \beta (t - 20)^2 \,] \quad (2)$$

unde:

R_E rezistenţa electrică a rezistorului etalon la temperatura t;

R_{20} rezistenţa electrică a rezistorului etalon la temperatura de 20 °C;

α, β coeficienţii rezistorului etalon.

- ***presiunea hidrostatică a apei sau a metalului din celula de punct fix***

La o adâncime de h metri sub suprafaţa apei sau a metalului lichid, temperatura de echilibru t_{90} la interfaţa solid/lichid este dată de $t_{90} = A + Bh$ [1], unde A este valoarea temperaturii punctului fix respectiv, iar B este coeficientul de variaţie a temperaturii cu adâncimea de imersie h (tabelul 2).

- ***impurităţile chimice din substanţa de punct fix***

Apa folosită pentru umplerea celulelor de punct triplu trebuie să fie de înaltă puritate şi să

Tabelul 2

Efectul presiunii asupra temperaturii punctelor fixe de definiţie*

Substanţa	Valoarea atribuită temperaturii de echilibru T_{90}/K	Variaţia temperaturii	
		cu presiunea p $(dt/dp)/(10^{-8}$ °C · $Pa^{-1})$	cu adâncimea de imersie h $(dt/dh)/(10^{-3}$ °C · $m^{-1})$
Apă (T)	273,16	–7,5	–0,73
Staniu	505,078	3,3	2,2
Zinc	692,677	4,3	2,7
Al	933,473	7,0	1,6
Ag	1 234,93	6,0	5,4

* Presiunea de referinţă pentru punctele de solidificare este presiunea atmosferică normală (p_0 = 101 325 Pa). În cazul punctelor triple (T), efectul presiunii rezultă numai din presiunea hidrostatică suplimentară care este funcţie de adâncimea în lichid.

aibă compoziţia izotopică a apei oceanice. Purificarea apei poate să modifice uşor compoziţia sa izotopică (distilarea antrenează, în mod normal, o scădere a conţinutului de ^2H). O scădere de 10 μmol de ^2H per mol de ^1H corespunde unei scăderi a temperaturii punctului triplu de 40 μK [3]; aceasta este diferenţa dintre punctul triplu al apei oceanice şi, respectiv, al apei continentale de suprafaţă.

Metalele folosite pentru materializarea punctelor de solidificare trebuie să aibă puritatea nominală de 99,9999 % pentru etalonarea cu cea mai mare exactitate. Temperaturile punctelor de solidificare situate sub 420 °C vor fi atunci în limitele a (0,1...0,2) mK faţă de temperatura unui lingou cu puritatea de 100 %. Pentru Sn şi Zn cu o puritate de 99,999 %, eroarea rezultată va fi de 1 mK, aceasta depinzând, totuşi, de impurităţile prezente; pentru Al şi Ag cu puritatea de 99,999 %, eroarea rezultată va fi de „câţiva mK" [3].

- ***pierderile electrice prin izolatorii termometrului etalon cu rezistor din platină***

În cazul unui termometru etalon cu rezistor din platină cu teacă lungă de 25 Ω, rezistenţa de izolaţie între conductorii săi trebuie să fie mai mare de 70 MΩ la 500 °C, dacă eroarea introdusă de pierderile electrice prin izolatori trebuie să fie mai mică decât o valoare echivalentă cu 1 mK [3]. Dacă pierderile sunt exact repetabile la toate temperaturile, o mare parte a efectului se compensează în cadrul procedurii de etalonare.Totuşi, în general, pierderea electrică este variabilă în timp şi trebuie să fie luată în considerare la evaluarea incertitudinii.

În cazul unui termometru etalon cu rezistor din platină pentru temperaturi înalte, efectul pierderilor electrice prin izolatori la punctul de solidificare al argintului este de maximum (1...2) mK, dacă R_0 = 2,5 Ω şi de (0,1...0,2) mK, dacă R_0 = 0,25 Ω [3].

- ***auto-încălzirea provocată de curenţii de măsurare***

Măsurarea unei rezistenţe electrice implică trecerea unui curent electric prin rezistorul supus măsurării, cu disipare implicită de căldură ce conduce la creşterea temperaturii elementului sensibil peste aceea a mediului său înconjurător. Efectul de încălzire poate fi determinat prin măsurarea rezistenţei electrice cu doi curenţi de măsurare, aflaţi în raport de $1:\sqrt{2}$, urmată de extrapolarea acesteia la curent zero:

$$R_0 = R_1 - \frac{I_1^2}{I_2^2 - I_1^2}(R_2 - R_1) \qquad (3)$$

unde:

R_0 valoarea rezistenţei electrice extrapolate la curent zero;

R_1 şi R_2 valoarea rezistenţelor electrice măsurate folosind curenţii I_1 şi, respectiv, I_2.

- ***schimbul de căldură dintre celulă şi mediul său înconjurător***

Pentru evaluarea influenţei diferitelor fluxuri de căldură de la şi spre elementul sensibil al termometrului etalon cu rezistor din platină, se determină profilul temperaturii pe verticală în tubul interior al celulei de punct fix. Metoda folosită fiind prea grosieră, rezultatul obţinut nu poate fi folosit ca o corecţie, dar poate fi luat în considerare la evaluarea incertitudinii.

- ***panta palierului de solidificare***

Temperatura unui palier de solidificare nu este aceeaşi pe toată lungimea acestuia. Panta palierului de solidificare este influenţată de o serie de factori, şi anume: distribuţia impurităţilor chimice în metalul lichid, istoria termică a răcirii etc. Pentru obţinerea celei mai bune exactităţi posibile (0,1 mK), fie se exclud primele şi ultimele 15 % până la 20 % din valorile determinate şi se face media aritmetică a valorilor rămase, fie se măsoară rezistenţa electrică a termorezistorului etalon într-o fază specificată a solidificării, în general 50 % [3].

- ***presiunea gazului din celulele pentru puncte de solidificare***

Celulele folosite pentru materializarea punctelor de solidificare sunt celule de tip etanş. Deoarece presiunea de referinţă pentru punctele de solidificare este presiunea atmosferică normală (p_0 = 101 325 Pa), aceste celule sunt etanşate după umplerea lor cu argon la o presiune egală cu p_0. Incertitudinea de măsurare a presiunii de umplere cu gaz inert este convertită într-o incertitudine a temperaturii prin coeficientul d*t*/d*p* (tabelul 2).

4 Întocmirea bilanţului incertitudinii de măsurare

Pentru structurarea datelor relevante în analiza incertitudinilor şi pentru accesul rapid la informaţiile necesare, este recomandabil ca acestea să fie

prezentate sub formă de tabel. În acest tabel, toate mărimile trebuie să fie marcate printr-un simbol fizic sau printr-un identificator scurt, X_i. Pentru fiecare mărime de intrare trebuie să se specifice:

- estimația x_i;
- incertitudinea standard $u(x_i)$;
- distribuția de probabilitate;
- coeficientul de sensibilitate (sau de influență) c_i;
- contribuția $u_i(y)$ la incertitudinea standard compusă $u_c(y)$.

După întocmirea tabelului, se calculează incertitudinea standard compusă $u_c(y)$. În mod uzual, incertitudinea standard compusă $u_c(y)$ se calculează presupunând că toate mărimile de intrare sunt necorelate:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^{N} [c_i\, u(x_i)]^2 \equiv \sum_{i=1}^{N} u_i^2(y) \qquad (4)$$

unde contribuția $u_i(y)$ ($i = 1, 2, ..., N$) este dată de:

$$u_i(y) \equiv |c_i|\, u(x_i)\,. \qquad (5)$$

În mod riguros, însă, corelația între mărimile de intrare, dacă există și este semnificativă, nu trebuie să fie ignorată. În acest caz, incertitudinea standard compusă $u_c(y)$ asociată cu rezultatul măsurării se determină cu relația:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^{N} c_i^2\, u^2(x_i) + 2\sum_{i=1}^{N-1}\sum_{j=1+1}^{N} u_i(y)\, u_j(y)\, r(x_i, x_j) \qquad (6)$$

unde $r(x_i, x_j)$ este coeficientul de corelație estimat:

$$r(x_i, x_j) = r(x_j, x_i) \quad \text{și} \quad -1 \le r(x_i, x_j) \ge +1. \qquad (7)$$

Dacă mărimile de intrare sunt complet dependente, atunci $r(x_i, x_j) = 1$ și relația (6) se reduce la:

$$u_c(y) = \sum_{i=1}^{N} u_i(y) \qquad (8)$$

Dacă gradul de corelație între mărimile de intrare nu este cunoscut, incertitudinea standard compusă poate fi estimată prin:

$$u_{c0}(y) \le u_c(y) \ge u_{c1}(y) \qquad (9)$$

unde $u_{c0}(y)$ este incertitudinea standard compusă pentru mărimi de intrare necorelate ($r(x_i, x_j) = 0$), care se determină cu relația 4, iar $u_{c1}(y)$ este incertitudinea standard compusă pentru mărimi de intrare complet corelate ($r(x_i, x_j) = 1$), care se determină cu relația 8.

5 Evaluarea incertitudinii extinse

Incertitudinea extinsă U se obține prin multiplicarea incertitudinii standard compuse $u_c(y)$ cu un factor de extindere k:

$$U = k \times u_c(y). \qquad (10)$$

Pentru determinarea factorului de extindere este, de obicei, suficient să se presupună că distribuția de probabilitate caracterizată prin rezultatul măsurării și incertitudinea standard compusă a acestuia este distribuția t; în această situație, $k_p = t_p(\nu_{ef})$, unde p este fracțiunea p a distribuției. Factorul t_p se determină pe baza numărului efectiv de grade de libertate ν_{ef} ale lui $u_c(y)$, obținut cu formula Welch-Satterthwaite [2]:

$$\nu_{ef} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^{N} \frac{u_i^4(y)}{\nu_i}} \qquad (11)$$

Rezultatul unei măsurări, adică rezistența electrică a termometrului determinată la temperatura punctului fix, t, se exprimă sub forma:

$$R_t = \{R_t\}_\Omega \pm \{U\}_\Omega\,. \qquad (12)$$

6 Procedură de evaluare a incertitudinii de măsurare la punctul triplu al apei

Primul pas al procedurii constă în exprimarea matematică a relației dintre măsurand – rezistența electrică $R_{0,01\,°C}$ determinată la punctul triplu al apei – și mărimile de intrare de care depinde acesta:

$$R_{0,01°C} = (R_E + \Delta R_E + \Delta R_{ED} + \Delta R_{ET})(X + \Delta X + \Delta X_D) + \qquad (13)$$
$$+ C_{0,01°C} \times \Delta t_H + C_{0,01°C} \times \Delta t_I + \Delta R_P + \Delta R_C + \Delta R_\Phi$$

unde:

R_E rezistența electrică a rezistorului etalon la temperatura t a băii cu ulei;

ΔR_E corecția rezistenței electrice a rezistorului etalon;

ΔR_{ED} deriva în timp a rezistenței electrice a rezistorului etalon;

ΔR_{ET} corecția cu temperatura a rezistenței electrice a rezistorului etalon;

$X = R_X/R_E$ raportul de rezistențe al punții;

ΔX corecția raportului de rezistențe al punții;

ΔX_E deriva în timp a raportului de rezistențe al punții;

$C_{0,01°C}$ coeficientul de sensibilitate la temperatura punctului triplu al apei;

Δt_H corecţia influenţei efectului hidrostatic;
Δt_I corecţia influenţei diferitelor impurităţi chimice;
ΔR_P corecţia pierderilor de rezistenţă prin izolatori;
ΔR_C corecţia efectului de auto-încălzire;
ΔR_Φ corecţia influenţei fluxurilor de căldură parazite.

Neglijând termenii $\Delta R_E \times \Delta X$, $\Delta R_{ED} \times \Delta X$, $\Delta R_{ET} \times \Delta X$, $\Delta R_E \times \Delta X_D$, $\Delta R_{ED} \times \Delta X_D$ şi $\Delta R_{ET} \times \Delta X_D$, expresia funcţiei de modelare se reduce la:

$$R_{0,01°C} = X \times R_E + X \times \Delta R_E + X \times \Delta R_{ED} + X \times \Delta R_{ET} + R_E \times \Delta X + R_E \times \Delta X_D + C_{0,01°C} \times \Delta t_H + C_{0,01°C} \times \Delta t_I + \Delta R_P + \Delta R_C + \Delta R_\Phi \quad (14)$$

unde:

$X \times R_E = R_X$ rezistenţa electrică determinată la punctul triplu al apei.

Rezistenţa electrică determinată la punctul triplu al apei, R_X:

Întrucât rezistenţa electrică a unui termometru etalon cu rezistor din platină la punctul triplu al apei se determină dintr-o serie de n observaţii repetate şi independente statistic ale mărimii $R_X = X \times R_E$, efectuate în aceleaşi condiţii de măsurare, avem de-a face cu o evaluare de tip A [2]. În această situaţie, estimaţia mărimii de intrare este $x_1 = \{\overline{R}_X\}_\Omega$, adică media aritmetică a celor n observaţii, iar incertitudinea standard asociată cu x_1 este abaterea standard experimentală a mediei, $u(x_1) = \{s(\overline{R}_X)\}_\Omega$. În acest caz, distribuţia de probabilitate este o *distribuţie normală*. Coeficientul de sensibilitate este $c_1 = 1{,}0$. Ca urmare, contribuţia la incertitudinea standard compusă $u_c(R_{0,01°C})$ a incertitudinii standard $u(x_1)$ este: $u_1(R_{0,01°C}) = \{s(\overline{R}_X)\}_\Omega$.

Corecţia rezistenţei electrice a rezistorului etalon, ΔR_E:

În certificatul de etalonare al rezistorului etalon este înscrisă valoarea rezistenţei sale electrice R_{20} la 20°C şi incertitudinea extinsă asociată U_1, determinată pentru o *distribuţie normală* şi o valoare a factorului de extindere k_1. Ca urmare, estimaţia acestei corecţii este $x_2 = 0\ \Omega$, iar incertitudinea standard asociată cu x_2 este $u(x_2) = (1/k_1)\{U_1\}_\Omega$. Coeficientul de sensibilitate este $c_2 = \{X\}$. Ca urmare, contribuţia la incertitudinea standard compusă $u_c(R_{0,01°C})$ a lui $u(x_2)$ este: $u_2(R_{0,01°C}) = (1/k_1)\{X\}\{U_1\}\Omega$.

Deriva rezistenţei electrice a rezistorului etalon, ΔR_{ED}:

Deriva rezistenţei electrice a rezistorului etalon este estimată din istoria etalonărilor sale la $x_3 = 0\ \Omega$ în limitele $\pm \{a_3\}_\Omega$. Incertitudinea standard de tip B a acestei *distribuţii dreptunghiulare* va fi $u(x_3) = (1/\sqrt{3})\{a_3\}_\Omega$. Coeficientul de sensibilitate este $c_3 = \{X\}$. Ca urmare, contribuţia la $u_c(R_{0,01°C})$ a incertitudinii standard $u(x_3)$ va fi: $u_3(R_{0,01°C}) = (1/\sqrt{3})\{X\}\{a_3\}_\Omega$.

Corecţia cu temperatura a rezistorului de referinţă, ΔR_{ET}:

Temperatura băii cu ulei în care este menţinut rezistorul de referinţă se măsoară cu un termometru având incertitudinea extinsă asociată $U_2 = 0{,}01°C$ şi factorul de extindere k_2. Deoarece valorile $R_X = X \times R_E$ ale termorezistorului etalon la punctul triplu al apei se determină pe baza valorilor R_E corectate cu temperatura (relaţia 2), se poate admite că estimaţia lui ΔR_{ET} este $x_4 = 0\ \Omega$ în limitele $\pm (0{,}01/k_2)\{R_{20}\}_\Omega\{\alpha\}_{°C}^{-1}$ °C şi că este foarte puţin probabil ca valoarea sa să se afle în afara acestui interval. Incertitudinea standard de tip B a acestei *distribuţii dreptunghiulare* este: $u(x_4) = (0{,}0058/k_2)\{R_{20}\}_\Omega\{\alpha\}_{°C}^{-1}$ °C. Coeficientul de sensibilitate este $c_4 = \{X\}$. Ca urmare, contribuţia la incertitudinea standard compusă $u_c(R_{0,01°C})$ a incertitudinii standard $u(x_4)$ va fi: $u_4(R_{0,01°C}) = (0{,}0058/k_2)\{X\}\{R_{20}\}_\Omega\{\alpha\}_{°C}^{-1}$ °C.

Corecţia raportului de rezistenţe al punţii, ΔX:

În certificatul de etalonare al punţii sunt înscrise valorile corecţiilor ΔX ale raportului $X = R_X/R_E$ şi incertitudinea extinsă asociată acestora U_3, determinată pentru o *distribuţie normală* şi o valoare a factorului de extindere k_3. Deoarece valorile R_X se calculează după aplicarea corecţiilor ΔX, estimaţia lui ΔX este $x_5 = 0$ iar incertitudinea standard asociată cu x_5 este $u(x_5) = (1/k_3)\{U_3\}$. Coeficientul de sensibilitate este $c_5 = \{R_E\}_\Omega$. Ca urmare, contribuţia la incertitudinea standard compusă $u_c(R_{0,01°C})$ a incertitudinii standard $u(x_5)$ va fi: $u_5(R_{0,01°C}) = (1/k_3)\{U_3\}\{R_E\}_\Omega$.

Deriva raportului de rezistenţe al punţii, ΔX_D:

Deriva raportului de rezistenţe al punţii este estimată din istoria etalonărilor a fi $x_6 = 0$ în

limitele ± $\{a_6\}$. Incertitudinea standard de tip B a acestei *distribuţii dreptunghiulare* va fi $u(x_6) = (1/\sqrt{3})\{a_6\}$. Coeficientul de sensibilitate este $c_6 = \{R_E\}_\Omega$. Ca urmare, contribuţia la $u_c(R_{0,01°C})$ a incertitudinii standard $u(x_6)$ va fi: $u_3(R_{0,01°C}) = (1/\sqrt{3})\{R_E\}_\Omega\{a_6\}$.

Corecţia influenţei efectului presiunii hidrostatice, Δt_H:

Estimaţia lui Δt_H este $x_7 = -0{,}73 \times 10^{-3}\{h\}_m$ °C m^{-1} (tabelul 2). Deoarece h poate fi măsurată cu exactitatea $\{\Delta h\}_m$, se poate admite că valoarea lui Δt_H este cuprinsă cu probabilitate egală într-un interval având semilărgimea $a_7 = -0{,}73 \times 10^{-3}\{\Delta h\}_m$ °C m^{-1} şi că este foarte puţin probabil ca valoarea sa să se afle în afara acestui interval. Incertitudinea standard de tip B a acestei *distribuţii dreptunghiulare* este: $u(x_7) = (-0{,}73/\sqrt{3}) \times 10^{-3}\{\Delta h\}_m$ °C m^{-1}. Coeficientul de sensibilitate este $c_7 = \{C_{0,01°C}\}_{\Omega/°C}$. Ca urmare, contribuţia la $u_c(R_{0,01°C})$ a incertitudinii standard $u(x_7)$ va fi: $u_7(R_{0,01°C}) = (-0{,}73/\sqrt{3}) \times 10^{-3}\{C_{0,01°C}\}_{\Omega/°C}\{\Delta h\}_m$ °C m^{-1}.

Corecţia influenţei diferitelor impurităţi chimice, Δt_I:

Deoarece intervalul de topire al unei celulei de punct triplu al apei este foarte mic, ceea ce demonstrează concentraţia redusă a impurităţilor, se poate admite că estimaţia lui Δt_I este $x_8 = 0$°C în limitele ± $\{a_8\}_{°C}$. Incertitudinea standard de tip B a acestei *distribuţii dreptunghiulare* este: $u(x_8) = (1/\sqrt{3})\{a_8\}_{°C}$. Coeficientul de sensibilitate este $c_8 = \{C_{0,01°C}\}_{\Omega/°C}$. Ca urmare, contribuţia la incertitudinea standard compusă $u_c(R_{0,01°C})$ a incertitudinii standard $u(x_8)$ va fi: $u_8(R_{0,01°C}) = (1/\sqrt{3})\{C_{0,01°C}\}_{\Omega/°C}\{a_8\}_{°C}$.

Corecţia pierderilor electrice prin izolatori, ΔR_P:

Corecţia datorată pierderilor electrice prin izolatori este estimată a fi $x_9 = 0$ Ω în limitele ± $\{a_9\}\Omega$. Incertitudinea standard de tip B a acestei *distribuţii dreptunghiulare* este: $u(x_9) = (1/\sqrt{3})\{a_9\}_\Omega$. Coeficientul de sensibilitate este $c_9 = 1{,}0$. Ca urmare, contribuţia la incertitudinea standard compusă $u_c(R_{0,01°C})$ a incertitudinii standard $u(x_9)$ va fi: $u9(R_{0,01°C}) = (1/\sqrt{3})\{a_9\}_{°C}$.

Corecţia efectului de auto-încălzire, ΔR_C:

Pentru eliminarea efectului de auto-încălzire, se extrapolează valoarea rezistenţei electrice a termorezistorului etalon la curent zero (relaţia 3). Ca urmare, estimaţia lui ΔR_C este $x_{10} = 0$ Ω în limitele ±$\{a_{10}\}_\Omega$. Incertitudinea corecţiei ΔR_C provine din incertitudinea de cunoaştere a valorilor celor doi curenţi de măsurare [4]. Incertitudinea standard de tip B a acestei *distribuţii dreptunghiulare* este: $u(x_{10}) = (1/\sqrt{3})\{a_{10}\}_\Omega$. Coeficientul de sensibilitate este $c_{10} = 1{,}0$. Ca urmare, contribuţia la incertitudinea standard compusă $u_c(R_{0,01°C})$ a incertitudinii standard $u(x_{10})$ va fi: $u_{10}(R_{0,01°C}) = (1/\sqrt{3})\{a_{10}\}_\Omega$.

Corecţia influenţei fluxurilor de căldură parazite, ΔR_Φ:

Pentru a se estima incertitudinea datorată fluxurilor de căldură parazite, se studiază variaţia temperaturii cu adâncimea de imersie a termometrului în tubul celulei. Estimaţia lui ΔR_Φ este $x_{11} = 0$ Ω în limitele ± $\{a_{11}\}_\Omega$. Incertitudinea standard de tip B a acestei *distribuţii dreptunghiulare* este: $u(x_{11}) = (1/\sqrt{3})\{a_{11}\}_\Omega$. Coeficientul de sensibilitate este $c_{11} = 1{,}0$. Ca urmare, contribuţia la incertitudinea standard compusă $u_c(R_{0,01°C})$ a incertitudinii standard $u(x_{11})$ va fi: $u_{11}(R_{0,01°C}) = (1/\sqrt{3})\{a_{11}\}_\Omega$.

7 Procedură de evaluare a incertitudinii de măsurare la punctul de solidificare al zincului

În afară de punctul triplu al apei, toate punctele de definiţie ale SIT-90 din domeniul de temperatură (0...961,78) °C sunt puncte de solidificare (tabelul 1). Deoarece instalaţiile şi metodologia de lucru utilizate pentru materializarea celor patru puncte de solidificare sunt aproape identice, analiza şi evaluarea incertitudinii de măsurare se va face pentru punctul de solidificare al zincului, procedura descrisă pentru zinc putând fi aplicată oricărui alt punct de solidificare.

Se stabileşte, mai întâi, funcţia de modelare care descrie dependenţa funcţională dintre măsurand – rezistenţa electrică R_{Zn} determinată la punctul de solidificare al zincului – şi mărimile de intrare de care depinde:

$$R_{Zn} = (R_E + \Delta R_E + \Delta R_{ED} + \Delta R_{ET})(X + \Delta X + \Delta X_D) + C_{Zn} \times \Delta t_H + C_{Zn} \times \Delta t_I + \Delta R_P + \Delta R_C + \Delta R_\Phi + C_{Zn} \times \Delta t_\alpha + C_{Zn} \times \Delta t_B . \quad (15)$$

unde notaţiilor folosite la punctul triplu al apei li s-au adăugat:

C_{Zn} coeficientul de sensibilitate la temperatura de solidificare a zincului;

Tabelul 3

Bilanțul incertitudinii de măsurare a rezistenței electrice la punctul triplu al apei

Mărimea X_i	Estimația x_i	Incertitudinea standard $u(x_i)$	Distribuția de probabilitate	Coeficientul de sensibilitate c_i	Contribuția $u_i(R_{0,01\,°C})$
R_X	$\{\overline{R}_X\}_\Omega$	$\{s(\overline{R}_X)\}_\Omega$	normală	1,0	$\{s(\overline{R}_X)\}_\Omega$
ΔR_E	0 Ω	$(1/k_1)\,\{U_1\}_\Omega$	normală	$\{X\}$	$(1/k_1)\,\{X\}\,\{U_1\}_\Omega$
ΔR_{ED}	0 Ω	$(1/\sqrt{3})\,\{a_3\}_\Omega$	dreptunghiulară	$\{X\}$	$(1/\sqrt{3})\,\{X\}\,\{a_3\}_\Omega$
ΔR_{ET}	0 Ω	$(0{,}0058/k_2)\{R_{20}\}_\Omega$ $\{\alpha\}_{°C}^{-1}$ °C	dreptunghiulară	$\{X\}$	$(0{,}0058/k_2)\,\{X\}\,\{R_{20}\}_\Omega$ $\{\alpha\}_{°C}^{-1}$ °C
ΔX	0	$(1/k_3)\,\{U_3\}$	normală	$\{R_E\}_\Omega$	$(1/k_3)\,\{R_E\}_\Omega\,\{U_3\}$
ΔX_D	0	$(1/\sqrt{3})\,\{a_6\}$	dreptunghiulară	$\{R_E\}_\Omega$	$(1/\sqrt{3})\,\{R_E\}_\Omega\,\{a_6\}$
Δt_H	$-0{,}73\times10^{-3}$ $\{h\}_m$ °C m^{-1}	$(-0{,}73/\sqrt{3})\times10^{-3}$ $\{\Delta h\}_m$ °C m^{-1}	dreptunghiulară	$\{C_{0,01°C}\}_{\Omega/°C}$	$(-0{,}73/\sqrt{3})\times10^{-3}$ $\{C_{0,01°C}\}_{\Omega/°C}\,\{\Delta h\}_m$ °C m^{-1}
Δt_I	0 °C	$(1/\sqrt{3})\,\{a_8\}_{°C}$	dreptunghiulară	$\{C_{0,01°C}\}_{\Omega/°C}$	$(1/\sqrt{3})\,\{C_{0,01°C}\}_{\Omega/°C}\,\{a_8\}_{°C}$
ΔR_P	0 Ω	$(1/\sqrt{3})\,\{a_9\}_\Omega$	dreptunghiulară	1,0	$(1/\sqrt{3})\,\{a_9\}_\Omega$
ΔR_C	0 Ω	$(1/\sqrt{3})\,\{a_{10}\}_\Omega$	dreptunghiulară	1,0	$(1/\sqrt{3})\,\{a_{10}\}_\Omega$
ΔR_Φ	0 Ω	$(1/\sqrt{3})\,\{a_{11}\}_{°C}$	dreptunghiulară	1,0	$(1/\sqrt{3})\,\{a_{11}\}_{°C}$
$R_{0,01\,°C}$	$\{R_{0,01°C}\}_\Omega$				$\{u_c(R_{0,01°C})\}_\Omega$

Δt_α corecția pantei palierului de solidificare;

Δt_B corecția efectului presiunii gazului din celulă asupra temperaturii punctului de solidificare.

Neglijând termenii $\Delta R_E \times \Delta X$, $\Delta R_{ED} \times \Delta X$, $\Delta R_{ET} \times \Delta X$, $\Delta R_E \times \Delta X_D$, $\Delta R_{ED} \times \Delta X_D$ și $\Delta R_{ET} \times \Delta X_D$ expresia funcției de modelare se reduce la:

$$R_{Zn} = X \times R_E + X \times \Delta R_E + X \times \Delta R_{ED} + X \times \Delta R_{ET} + R_E \times \Delta X + R_E \times \Delta X_D + C_{Zn} \times \Delta t_H + C_{Zn} \times \Delta t_I + \Delta R_P + \Delta R_C + \Delta R_\Phi + C_{Zn} \times \Delta t_\alpha + C_{Zn} \times \Delta t_B \quad (16)$$

unde $X \times R_E = R_X$ – rezistența electrică determinată la punctul de solidificare al zincului.

Pentru fiecare dintre primele 11 mărimi de intrare, evaluarea estimației x_i, a incertitudinii standard $u(x_i)$, a coeficientului de sensibilitate c_i și a contribuției $u_i(y)$ la incertitudinea standard compusă se face așa cum s-a arătat pentru punctul triplu al apei.

Corecția pantei palierului de solidificare, Δt_α: Estimația lui Δt_α este $x_{12} = 0°C$ în limitele $\pm \{a_{12}\}_{°C}$. Incertitudinea standard de tip B a acestei *distribuții dreptunghiulare* este: $u(x_{12}) = (1/\sqrt{3})\{a_{12}\}_{°C}$. Deoarece coeficientul de sensibilitate este $c_{12} = \{C_{Zn}\}_{\Omega/°C}$, contribuția la $u_c(R_{Zn})$ a incertitudinii standard $u(x_{12})$ va fi: $u_{12}(R_{Zn}) = (1/\sqrt{3})\,\{C_{Zn}\}_{\Omega/°C}\{a_{12}\}_{°C}$.

Corecția efectului presiunii gazului din celulă, Δt_B: Celula cu zinc este închisă etanș, presiunea gazului din celulă fiind de o atmosferă normală. Incertitudinea presiunii de umplere este convertită într-o incertitudine a temperaturii de solidificare prin coeficientul de temperatură dt/dp. Incertitudinea extinsă asociată cu presiunea de umplere este U_4 cu factorul de extindere k_4. Ca urmare, se poate admite că estimația lui Δt_B este $x_{13} = 0°C$ în limitele $\pm (2{,}15/k_4) \times 10^{-8}\{U_4\}_{Pa}\,Pa\ °C^{-1}$. Incertitudinea standard de tip B a acestei *distribuții dreptunghiulare* este: $u(x_{13}) = (1{,}241/k_4) \times 10^{-8}\,\{U_4\}_{Pa}\,Pa\ °C^{-1}$. Coeficientul de sensibilitate este $c_{13} = \{C_{Zn}\}_{\Omega/°C}$. Ca urmare, contribuția la $u_c(R_{Zn})$ a incertitudinii standard $u(x_{13})$ va fi: $u_{13}(R_{Zn}) = (1{,}241/k_4) \times 10^{-8}\{C_{Zn}\}_{\Omega/°C}\,\{U_4\}_{Pa}\,Pa\ °C^{-1}$.

Tabelul 4

Bilanțul incertitudinii de măsurare a rezistenței electrice la punctul de solidificare al zincului

Mărimea X_i	Estimația x_i	Incertitudinea standard $u(x_i)$	Distribuția de probabilitate	Coeficientul de sensibilitate c_i	Contribuția $u_i(R_{Zn})$
R_X	$\{\overline{R}_X\}_\Omega$	$\{s(\overline{R}_X)\}_\Omega$	normală	1,0	$\{s(\overline{R}_X)\}_\Omega$
ΔR_E	0 Ω	$(1/k_1)\{U_1\}_\Omega$	normală	$\{X\}$	$(1/k_1)\{X\}\{U_1\}_\Omega$
ΔR_{ED}	0 Ω	$(1/\sqrt{3})\{a_3\}_\Omega$	dreptunghiulară	$\{X\}$	$(1/\sqrt{3})\{X\}\{a_3\}_\Omega$
ΔR_{ET}	0 Ω	$(0{,}0058/k_2)\{R_{20}\}_\Omega$ $\{\alpha\}_{°C}^{-1}$ °C	dreptunghiulară	$\{X\}$	$(0{,}0058/k_2)\{X\}\{R_{20}\}_\Omega$ $\{\alpha\}_{°C}^{-1}$ °C
ΔX	0	$(1/k_3)\{U_3\}_\Omega$	normală	$\{R_E\}_\Omega$	$(1/k_3)\{R_E\}_\Omega\{U_3\}$
ΔX_D	0	$(1/\sqrt{3})\{a_6\}$	dreptunghiulară	$\{R_E\}_\Omega$	$(1/\sqrt{3})\{R_E\}_\Omega\{a_6\}$
Δt_H	$2{,}7\times10^{-3}$ $\{h\}_m$ °C m^{-1}	$(2{,}7/\sqrt{3})\times10^{-3}$ $\{\Delta h\}_m$ °C m^{-1}	dreptunghiulară	$\{C_{Zn}\}_{\Omega/°C}$	$(2{,}7/\sqrt{3})\times10^{-3}$ $\{C_{Zn}\}_{\Omega/°C}\{\Delta h\}_m$ °C m^{-1}
Δt_I	0 °C	$(1/\sqrt{3})\{a_8\}_{°C}$	dreptunghiulară	$\{C_{Zn}\}_{\Omega/°C}$	$(1/\sqrt{3})\{C_{Zn}\}_{\Omega/°C}\{a_8\}_{°C}$
ΔR_P	0 Ω	$(1/\sqrt{3})\{a_9\}_\Omega$	dreptunghiulară	1,0	$(1/\sqrt{3})\{a_9\}_\Omega$
ΔR_C	0 Ω	$(1/\sqrt{3})\{a_{10}\}_\Omega$	dreptunghiulară	1,0	$(1/\sqrt{3})\{a_{10}\}_\Omega$
ΔR_Φ	0 Ω	$(1/\sqrt{3})\{a_{11}\}_{°C}$	dreptunghiulară	1,0	$(1/\sqrt{3})\{a_{11}\}_{°C}$
Δt_α	0 °C	$(1/\sqrt{3})\{a_{12}\}_{°C}$	dreptunghiulară	$\{C_{Zn}\}_{\Omega/°C}$	$(1/\sqrt{3})\{C_{Zn}\}_{\Omega/°C}\{a_{12}\}_{°C}$
Δt_B	0 °C	$(1{,}241/k_4)\times10^{-8}$ $\{U_4\}_{Pa}$ Pa °C^{-1}.	dreptunghiulară	$\{C_{Zn}\}_{\Omega/°C}$	$(1{,}241/k_4)\times10^{-8}$ $\{C_{Zn}\}_{\Omega/°C}\{U_4\}_{Pa}$ Pa °C^{-1}.
R_{Zn}	$\{R_{Zn}\}_\Omega$				$\{u_c(R_{0{,}01°C})\}_\Omega$

3 Concluzii

Procedura de evaluare prezentată în acest articol indică etapele care trebuie să fie parcurse la evaluarea incertitudinii de măsurare la punctele fixe de definiție ale SIT-90 din domeniul de temperatură (0...961,78) °C. Stabilirea funcțiilor de modelare și a parametrilor sau mărimilor de influență care afectează rezistența electrică determinată la punctele fixe, precum și analizarea acestor influențe, fac procedura accesibilă tuturor persoanelor care etalonează termometre etalon cu rezistor din platină la punctele fixe de definiție ale SIT-90 din domeniul de temperatură (0...961,78) °C; procedura stabilește modul de evaluare a estimației, a incertitudinii standard asociată cu aceasta, a coeficientului de sensibilitate și, respectiv, a contribuției $u_i(y)$ la incertitudinea standard compusă $u_c(y)$, pentru fiecare dintre mărimile de intrare stabilite, utilizatorilor procedurii rămânându-le doar ca, în funcție de instalațiile și etaloanele folosite, să estimeze valorile numerice corespunzătoare.

BIBLIOGRAFIE

[1] *** L'Échelle internationale de température de 1990 (EIT-90), BIPM, 1990

[2] *** SR 13 434:1998, Ghid pentru evaluarea și exprimarea incertitudinii de măsurare (GUM)

[3] *** Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990, BIPM,1990

[4] *Bonnier G.*, Calibration of temperature sensors. Uncertainty in the realization of the scale, Proceedings TEMP/MEKO 87, Londra, 1987

[5] *** Determinarea stabilității caracteristicilor metrologice ale termometrelor cu rezistență electrică din platină la punctul triplu al apei și punctele de solidificare ale Sn și Zn, Studiu INM, 1998

PERFORMANȚE RECENTE ALE UNOR CELULE DE MĂSURAT SARCINI

Nicolae FÂNTÂNARU[*)]
Dan HODOR[*)]

Abstract: *Using the accuracy reserve as a comparison criterion, the metrological characteristics of some load cells manufactured by well known companies from five countries are compared, based on the results obtained during the type tests performed on these cells. The difference between the tolerated error and the maximum error was established for every normalized metrological parameter, obtaining a quantified comparison of the quality of the load cells with respect to their metrological behavior in working conditions.*

Résumé: *En utilisant la réserve de précision comme critérium de comparaison, on compare les caractéristiques métrologiques de quelques cellules de charge fabriquée par des compagnies renomées de cinq pays, basé sur les résultats obtenus dans les essais de type de cettes cellules de charge. On a detérminé la différence entre l'erreur tolerée et l'erreur maxima pour chaque paramètre métrologique, en obtenant une comparaison quantifiée de la qualité des cellules de charge concernant leur comportement métrologique dans des conditions de travail.*

1 Considerații generale

Performanțele metrologice ale unui mijloc de măsurare se pot obține prin acțiuni de verificări, etalonări sau încercări efectuate asupra aparatului respectiv. Dintre acestea, cele mai multe informații asupra comportării aparatului le furnizează operația denumită „încercare de model" care prevede determinarea atât a erorilor de bază cât și a erorilor suplimentare cauzate de influența condițiilor diferite de mediu ambiant.

Încercarea metrologică de model reprezintă ansamblul operațiilor care se efectuează (de către un organism autorizat) asupra unui anumit număr de exemplare ale unui model de mijloc de măsurare, în scopul constatării conformității cu prevederile documentelor tehnice normative referitoare la mijlocul de măsurare în cauză. Încercarea de model se finalizează într-un buletin de încercare (eliberat de către organismul autorizat) prin care se atestă că a fost efectuată încercarea modelului mijlocului de măsurare respectiv și care prezintă rezultatele obținute.

În perioada 1992–1996, la Institutul Național de Metrologie, Laboratorul Forțe-Duritați Timișoara s-a efectuat încercarea de model a 38 buc. celule de măsurat sarcini, prezentate de opt firme din cinci țări. Dacă firma producătoare posedă laboratoare care asigură condițiile de dotare, exactitate și trasabilitate impuse prin programul de încercări, acestea pot fi executate și în laboratoarele producătorului.

2 Etaloane utilizate, trasabilitate

Caracteristicile etaloanelor Institutului Național de Metrologie (INM) folosite la realizarea programelor de încercări sunt redate în tabelul 1, în care se arată și asigurarea trasabilității la rețeaua europeană prin comparații cu PTB – Physikalisch-Technische Bundesanstalt Berlin. În funcție de aceste comparații, precum și de incertitudinea etaloanelor obținută din studii efectuate la INM [3; 4], rezultă și clasele de exactitate care pot fi acordate modelelor încercate, redate, de asemenea, în tabelul 1. Măsurarea semnalului de ieșire a celulelor s-a efectuat cu punte IEMI tip N23/ 23.38.14 nr. 008/82 cu 20000 cifre la 2 mV/V (ultima cifră afișată 1 digit = 0,1 μV/V).

*) Institutul Național de Metrologie, Laboratorul Forțe-Duritați Timișoara, str Crizantemelor nr. 64.

Tabelul 1

Etaloanele INM folosite la încercări

Etalon INM	Principiu	Forţă	Trasabilitate	Incertitudine sau clasă	Se poate acorda clasa
				Conform	
MID 10 kN	Maşină cu încărcări directe cu mase tarate	Tracţiune şi compresiune la încărcare şi descărcare	Certificat 4.2/91 şi tema INM B204/91	2×10^{-5}	00 (0,05%) EN 10002/3-94
					AA (0,05%) ASTM E 74-91
					0,01 (0,01%) STAS 11852/4-93
					0,2 (0,2%) STAS 7237-82
MID 100 kN	Idem	Idem	Certificat 4.1/88 şi tema INM B8/94	5×10^{-5}	Idem
200 kN	Celulă HBM tip C3H	Compresiune la încărcare şi descărcare	Messergebnisse PTB/15.12.95 Berlin	00 (0,05%)	0,5 (0,1%)
				EN 10002/3-94	
				AA (0,05%)	A (0,25%)
				ASTM E 74-91	
				0,05 (0,05%)	0,1 (0,1%)
				STAS 11852/4-93	
				–	0,2 (0,2%)
				STAS 7237-82	
1 MN	Celulă HBM tip C1	Idem	Idem	Idem	

Pentru încercările efectuate la producător (firma G) şi la Institutul de Metrologie din Suedia (SP Boras) s-au utilizat etaloanele din dotarea acestora, menţionate în tabelul 2.

Tabelul 2

Alte etaloane utilizate pentru încercări

Posesor	Etalon	Principiu	Forţă	Trasabilitate	Incertitudine
SP Boras (Suedia)	Schenck tip KR 100 100 kN (10 t) 1 MN (100 t)	Maşină cu încărcări directe şi pârghie 1:10	Tracţiune şi compresiune la încărcare şi descărcare	Test Report SP Boras nr. 01-C91562/ 16.08.91	$(5 \times 10^{-5} \ldots 1 \times 10^{-4})$
Firma *G*	Biegestab 5 kN (500 kg)	Maşină cu încărcări directe cu mase tarate	Idem	Messergebnisse Philips Hamburg 1982	$0{,}25 \times 10^{-5}$
	Schenck 5 kN (500 kg) 24 kN (2,4 t)	Idem	Idem	Certificat Eichdirektion Hamburg nr. G2/76/10.08.76	$0{,}8 \times 10^{-5}$
	Schenck 50 kN (5 t) 240 kN (24 t)	Maşină cu încărcări directe şi pârghie 1:10	Idem	Certificat PTB Braunschweig nr. 1.12-9349/88/18.05.88	$(5 \times 10^{-5} \ldots 1 \times 10^{-4})$

3 Caracteristicile celulelor încercate

Aceste caracteristici sunt redate în tabelul 3. S-au încercat 19 tipuri de celule totalizând 38 buc. repartizate după cum urmează: firma *A* 3 tipuri / 3 buc.; firma *B* 3 tipuri / 14 buc.; firma *C* 1 tip / 3 buc.; firma *D* 1 tip / 1 buc.; firma *E* 1 tip / 3 buc.; firma *F* 1 tip / 2 buc.; firma *G* 8 tipuri / 8 buc. şi firma *H* 1 tip / 4 buc.

Tabelul 3

Caracteristicile celulelor încercate

Nr. crt.	Sarcina nominală			Sensibilitatea mV/V	Clasa de exactitate ($\%\bar{c}_n$)	Tipul	Firma
	kN	*t*	Felul*)				
1	10	1			0,015	I	
2	200,17	20,41	*CO*	2	0,03	II	*A*
3	250	25			0,015	III	
4							
5	50	5	*CO*	2	0,02	IV	
6							
7							
8							
9	200	20	*CO*	2	0,02	V	
10							*B*
11							
12							
13	300	30	*CO*	2	0,02		
14						VI	
15							
16	500	50	*CO*	2	0,02		
17							
18	225	22,5	*CO*	1 dig = 1 kg	0,02	VII	*C*
19							
20	450	45	*CO*	1 dig = 1 kg	0,02		
21	250	25	*CO*	2	0,02	VIII	*D*
22							
23	5	0,5	*CO*	2	0,2	IX	*E*
24							
25	50	5	*CO*	4,167	0,2	X	*F*
26							
27	2	0,2	*TR*	2	0,015	XI	
28	20	2	*TR*	2	0,015	XII	
29	20	2	*CO*	1	0,01	XIII	
30	30	3	*TR*	2	0,03	XIV	
31	200	20	*CO*	1	0,02	XV	*G*
32	200	20	*CO*	1	0,06	XVI	
33	200	20	*CO*	1	0,01	XVII	
34	500	50	*CO*	1	0,015	XVIII	
35							
36	100	10	*TR*	1 dig = 10 kg	0,25	XIX	*H*
37							
38							

*) *CO* – Compresiune; *TR* – Tracţiune; $\bar{c}_n$ – semnal de ieşire mediu la sarcina nominală

Nr. crt. 3 – încercare efectuată la Institutul de Metrologie din Suedia (SP Boras) delegaţi *S. Trandafir*, *S. Ocneanu* şi *N. Fântânaru*

Nr. crt. 27; 28; 30 şi 33 – încercări efectuate la producător (firma *G*) delegaţi *W. Ghinea*, *S. Ţîrnea* şi *N. Fântânaru*

4 Exemplu de rezultate obținute

Valorile măsurate şi calculate sunt cuprinse în tabelul 4 pentru prima celulă încercată şi în tabele similare pentru toate celulele încercate, în care semnificaţia simbolurilor este următoarea:

$c1...c6$ semnale de ieşire obţinute la aplicarea de câte şase ori a aceleaşi trepte de sarcină la încercare/descărcare;

$\overline{c}$ media semnalelor de ieşire la o anumită treaptă de sarcină;

c_l valoarea lineară a semnalului de ieşire la o anumită treaptă de sarcină;

c_n semnal de ieşire mediu la sarcina nominală;

e_l eroarea de linearitate;

e_r eroarea de repetabilitate exprimată ca eroare medie pătratică experimentală;

e_f eroarea de fidelitate determinată din amplitudine;

e_h eroarea de histerezis;

$e_c = e_l + e_h$ eroarea combinată;

$b_e = e_l + e_r$ banda de erori;

e_k eroarea de calibrare;

e_j eroarea de justeţe.

Conform STAS 2872/1-86 tabelul 2, pentru $n = 6$ şiruri de măsurări avem $e_r = 0{,}3946 \times e_f$.

Încercările s-au efectuat conform reglementărilor interne [8; 9; 5] şi internaţionale [2; 1; 6]. Celulele fiind utilizate la cântăriri, erorile de mai sus s-au calculat în % din $\overline{c}_n$ [6].

Pentru încadrarea în clasa de exactitate, la fiecare categorie de erori s-a selectat valoarea maximă, care s-a comparat cu valoarea tolerată conform prospectului fabricantului [7], respectând şi toleranţele prescrise unei anumite clase de către reglementările în vigoare, menţionate mai sus.

5 Rezerva de exactitate

Dacă una dintre categoriile de erori menţionate la pct. 4 înregistrează o valoare mai mică decât toleranţa aferentă clasei de exactitate în cauză, este evident că în acest caz apare o rezervă de exactitate R_E:

$$R_E = \frac{\text{eroare tolerată} - \text{eroare maximă constatată}}{\text{eroare tolerată}} \times 100\%$$

În tabelul 4 sunt date valorile lui R_E care au rezultat pentru erorile de bază ale celulei, date ca exemplu de calcul.

Rezerva de exactitate se poate calcula pentru:

– o anumită categorie de erori a celulei;

– valoarea medie pe celulă;

– valoarea medie pe tip sau firmă.

Rezerva de exactitate determinată în aceste variante permite o cuantificare a calităţii caracteristicilor metrologice (linearitate, repetabilitate, histerezis etc.), a performanţelor unei celule singulare şi a unui tip constructiv, sau chiar o valoare medie pentru un anumit fabricant.

6 Performanţe constatate

Extrăgând din tabelul 4 (şi din tabele similare pentru toate celulele încercate) valorile rezultate pentru rezerva de exactitate R_E a caracteristicilor metrologice, s-au întocmit tabele cu R_E pentru celulele fiecărei firme, din care se dă ca exemplu tabelul 5 cu rezultatele obţinute pentru celulele firmei *A*. Aceste tabele conţin şi valorile medii pe caracteristicile metrologice, pe celulă şi pe firmă în ansamblu, rezultatele complete fiind redate în fig. 1 şi 2. În fig. 1 sunt date rezervele de exactitate ale caracteristicilor metrologice şi valoarea medie a acestora, iar în fig. 2 sunt reprezentate rezervele de exactitate asigurate de producători pentru fiecare caracteristică metrologică, precum şi media pe firme a acestora.

7 Concluzii

Sintetizând rezultatele obţinute în tabelul 6, se constată că rezerva de exactitate medie a caracteristicilor metrologice se înscrie în intervalul 1,4...46,2 %, iar valoarea medie a rezervei pe o firmă cuprinde intervalul 4,0...45,4 % cu media pe firme 24,4 % în ambele cazuri. Din tabelul 6 se vede că rezerva medie minimă se înregistrează la linearitate (1,4 %), iar cea maximă la histerezis (46,2 %). În raport cu clasa de exactitate pe care şi-a propus-o, cea mai puţin performantă firmă apare *D* cu o rezervă de 4,0 % pentru clasa 0,02, iar cea mai performantă firmă este firma *E* cu o rezervă de 45,4 % pentru clasa 0,2.

În ansamblu, se poate afirma că firmele examinate asigură o rezervă de exactitate medie de 24,4 % faţă de clasa de exactitate declarată în

Tabelul 4

Rezultatele încercării celulei nr. crt. 1 de 10 kN tip I marca *A*

Forța etalon	mV/V								$\%\bar{c}_n$ *)				
	Măsurat						Calculat		Erori de bază				
kN	c_1	c_2	c_3	c_4	c_5	c_6	$\bar{c}$	c_l	e_l	e_r	e_h	e_c	e_k
0	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,00000	0,00000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	
1	0,1998	0,1998	0,1999	0,2000	0,1999	0,1999	0,19988	0,20015	−0,0135	0,0039	0,0125	−0,0010	
2	0,4001	0,4002	0,4001	0,4001	0,4001	0,4001	0,40012	0,40031	−0,0095	0,0020	0,0080	−0,0015	
3	0,6003	0,6003	0,6003	0,6001	0,6003	0,6003	0,60027	0,60046	−0,0095	0,0039	0,0030	−0,0065	
4	0,8005	0,8006	0,8005	0,8005	0,8005	0,8005	0,80052	0,80062	−0,0050	0,0020	0,0015	−0,0035	
5	1,0007	1,0007	1,0006	1,0007	1,0007	1,0007	1,00068	1,00077	−0,0045	0,0020	0,0020	−0,0025	
6	1,2009	1,2009	1,2007	1,2009	1,2009	1,2009	1,20087	1,20092	−0,0025	0,0039	0,0005	−0,0020	
7	1,4011	1,4009	1,4010	1,4011	1,4011	1,4011	1,40105	1,40108	−0,0015	0,0039	0,0010	−0,0005	
8	1,6013	1,6013	1,6011	1,6011	1,6013	1,6013	1,60123	1,60123	0,0000	0,0039	0,0000	0,0000	
9	1,8014	1,8014	1,8013	1,8014	1,8013	1,8013	1,80135	1,80138	−0,0015	0,0020	0,0015	0,0000	
10	2,0013	2,0013	2,0015	2,0013	2,0013	2,0013	2,00133	2,00154	−0,0105	0,0039	–	–	0,0665
9	1,8013	1,8014	1,8014	1,8014	1,8014	1,8014	1,80138	1,80138	0,0000	0,0020			
8	1,6012	1,6012	1,6013	1,6012	1,6013	1,6012	1,60123	1,60123	0,0000	0,0020			
7	1,4010	1,4010	1,4012	1,4012	1,4010	1,4010	1,40107	1,40108	−0,0005	0,0039			
6	1,2009	1,2009	1,2008	1,2009	1,2009	1,2009	1,20088	1,20092	−0,0020	0,0020			
5	1,0007	1,0007	1,0007	1,0007	1,0008	1,0007	1,00072	1,00077	−0,0025	0,0020			
4	0,8005	0,8005	0,8005	0,8007	0,8006	0,8005	0,80055	0,80062	−0,0035	0,0039			
3	0,6002	0,6004	0,6004	0,6002	0,6004	0,6004	0,60033	0,60046	−0,0065	0,0039			
2	0,4002	0,4003	0,4003	0,4003	0,4003	0,4003	0,40028	0,40031	−0,0015	0,0020			
1	0,2001	0,2002	0,2002	0,2001	0,2001	0,2001	0,20013	0,20015	−0,0010	0,0020			
0	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,00000	0,00000	0,0000	0,0000			
t °C	18,0					18,2	Valori	maxime	−0,0135	0,0039	0,0125	−0,0065	0,0665
								tolerate	−0,0150	0,0050	0,0300	±0,0150	±0,1000
							R_E	absolută	0,0015	0,0011	0,0175	0,0085	0,0335
								în %	10,0	22,0	58,3	56,7	33,5
								medie %			36,1		

*) $\bar{c}_n = 2{,}00133$ mV/V

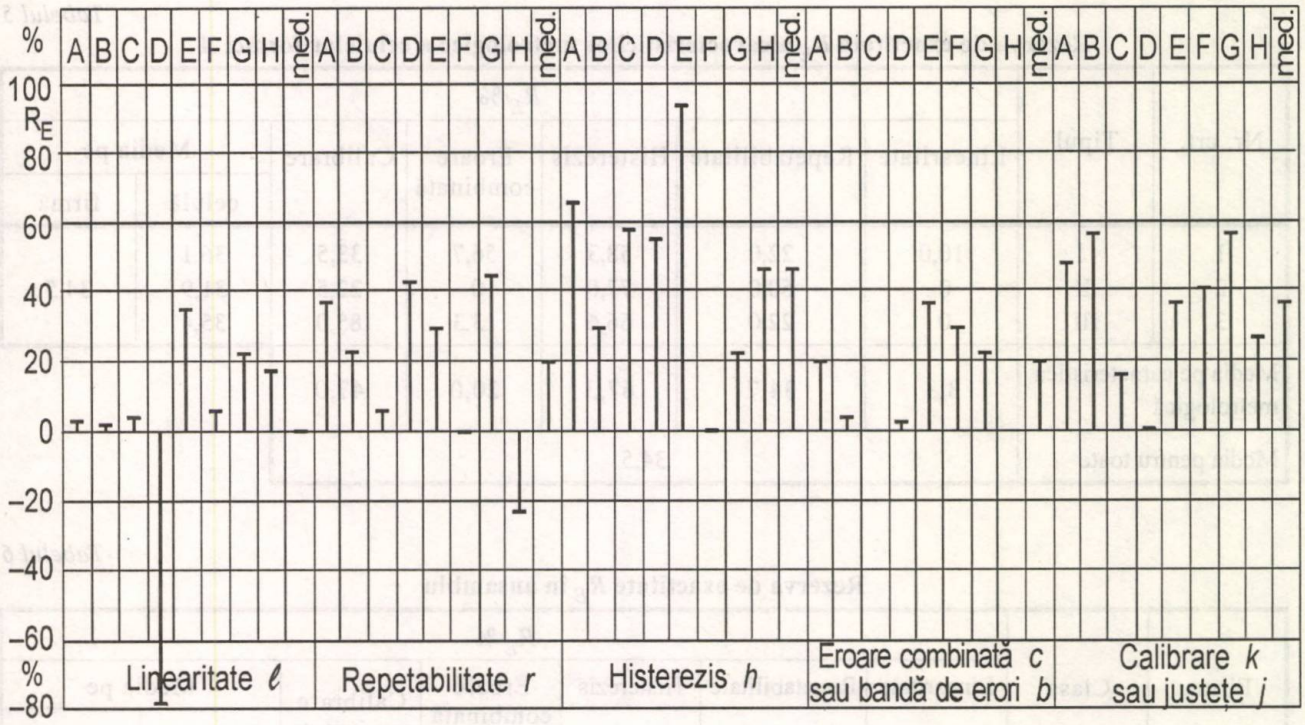


Fig. 1 R_E – rezerva de exactitate a caracteristicilor metrologice pentru firmele: *A* – cl. 0,015; 0,03; *B* – cl. 0,02; *C* – cl. 0,02; *D* – cl. 0,02; *E* – cl. 0,2; *F* – cl. 0,2; *G* – cl. 0,01...0,06; *H* – cl. 0,25; *med.* – valoarea medie pentru toate firmele

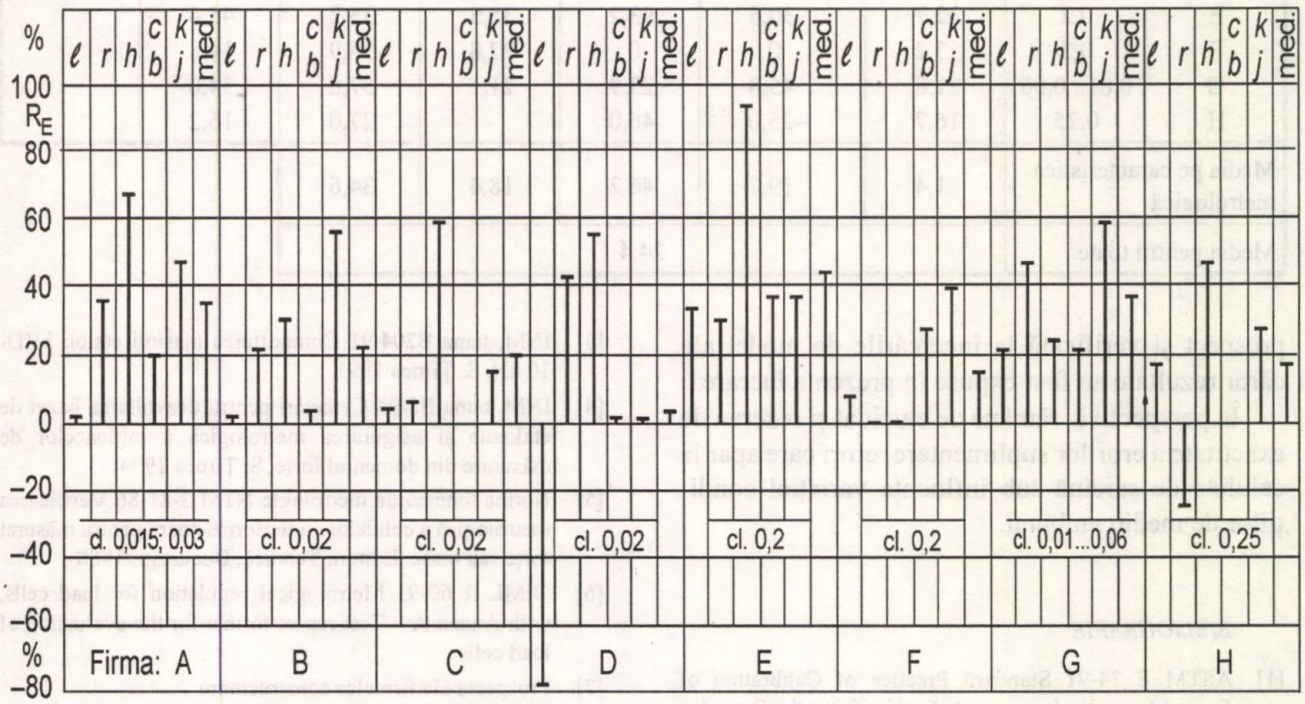


Fig. 2 R_E – rezerva de exactitate pentru: *l* – linearitate; *r* – repetabilitate; *h* – histerezis; *c* – eroare combinată sau *b* – bandă de erori; *k* – calibrare sau *j* – justețe în % din valoarea tolerată a fiecărui parametru la clasa de exactitate menționată; *med.* – valoarea medie a acestora

Tabelul 5

Rezerva de exactitate R_E a caracteristicilor metrologice a celulelor formei *A*

Nr. crt.	Tipul	R_E %						
		Linearitate	Repetabilitate	Histerezis	Eroare combinată	Calibrare	Media pe	
							celulă	firmă
1	I	10,0	22,0	58,3	56,7	33,5	36,1	
2	II	0	60,0	77,0	0	22,5	31,9	34,5
3	III	0	22,0	66,6	3,3	85,0	35,4	
Media pe caracteristica metrologică		3,3	34,7	67,3	20,0	47,0		
Media pentru toate		34,5						

Tabelul 6

Rezerva de exactitate R_E în ansamblu

Firma	Clasa	R_E %						
		Linearitate	Repetabilitate	Histerezis	Eroare combinată sau bandă	Calibrare sau justeţe	Media pe	
							firmă	firme
A	0,015; 0,03	3,3	34,7	67,3	20,0	47,0	34,5	
B	0,02	2,1	22,9	28,1	4,1	55,9	22,6	
C	0,02	5,6	6,6	57,9	–	13,8	21,0	
D	0,02	–78,6	42,0	53,5	2,0	1,0	4,0	24,4
E	0,2	32,7	30,6	93,2	35,5	35,2	45,4	
F	0,2	7,2	0	0	27,8	38,9	14,8	
G	0,01...0,06	21,8	45,8	23,9	21,1	57,6	34,0	
H	0,25	16,7	–25,0	46,0	–	27,0	16,2	
Media pe caracteristica metrologică		1,4	19,7	46,2	18,4	34,6		
Media pentru toate		24,4						

prospect şi verificată la încercările de model ale căror rezultate au fost expuse în prezenta lucrare.

În perspectivă, rămâne de elucidat şi rezerva de exactitate a erorilor suplimentare, erori care apar la celulele de sarcină sub influenţa variaţiei condiţiilor de mediu ambiant.

BIBLIOGRAFIE

[1] ASTM E 74-91 Standard Practice of Calibration of Force-Measuring Instruments for Verifying the Force Indication of Testing Machines

[2] EN 10002/3:1994 Metallic materials – Tensile test – Part 3: Calibration of force proving instruments used for the verification of uniaxial testing machines

[3] INM, tema B204/91 Comportarea maşinii etalon MID-10 kN, S. Ţîrnea 1991

[4] INM, tema B8/94 Cercetări pentru dezvoltarea bazei de etaloane şi asigurarea metrologică a mijloacelor de măsurare din domeniul forţe, S. Ţîrnea 1994

[5] Norma tehnică de metrologie NTM 3-81-86 Verificarea metrologică a celulelor cu tensorezistoare pentru măsurat forţe sau mase. Editura Tehnică, Bucureşti, 1988

[6] OIML R 60-91 Metrological regulation for load cells, with Annex A – Test report format for the evaluation of load cells

[7] Prospecte ale firmelor constructoare

[8] STAS 7237-82 Dinamometre de laborator – Etalonare – Condiţii tehnice de calitate

[9] STAS 11852/4-93 Celule de sarcină cu tensorezistoare pentru măsurat forţe sau mase. Condiţii tehnice de verificare metrologică

ASPECTE ALE UTILIZĂRII MATERIALELOR DE REFERINȚĂ SPECTROMETRICE PENTRU ETALONAREA ȘI VERIFICAREA METROLOGICĂ A SPECTROFOTOMETRELOR ANALITICE

Mirella BUZOIANU[*)]

Abstract: *The paper presents several metrological aspects regarding the use of Reference Materials for spectrometry as standards in calibration and testing the main performances of analytical spectro(photo)-meters. Practical problems on metrological testing of the detection limit and of the concentration characteristic of the atomic absorption spectrophotometers are discussed. Also, examples of evaluation of measurement uncertainty associated with the reported results of the above mentioned metrological performances are given. Its importance during the use of atomic absorption spectrophotometers for measuring mass concentration of metallic pollutants in water is discussed.*

Résumé: *L'article présente quelques aspects concernant l'utilisation des matériaux de référence spectrométriques comme étalons pour l'étalonnage et la vérification metrologique des instruments spectrophotométriques analytiques. On met en évidence des problems practiques sur la vérification métrologique de la limite de détection et de la concentration caractéristique (sensibibilité) des spectrophotomètres d'absorption atomique. On présente ausii quelques exemples d'évaluation de l'incertitude associée aux resultats rapportés pour les caractéristiques métrologiques ci-dessus. L'importance de ce problème quand on utilise des spectrophotomètres pour mesurer la concentration massique des polluants métalliques dans des eaux est soulignée.*

*) Institutul Național de Metrologie, șos. Vitan Bârzești nr. 11, sector 4, București.

1 Introducere

Mai mult ca oricând, măsurarea concentrației masice sau molare fundamentează deciziile importante referitoare la calitatea apei potabile sau a hranei cu un conținut de substanță toxică-nocivă, calitatea unui produs ce face obiectul unei tranzații, intoxicarea unei populații sau poluarea unui ecosistem cu un produs dăunător sănătății sau letal etc. Deoarece decizia de acest fel este luată la nivelul primitor-distribuitor, inspector-inspectat, țară-țară, trebuie ca măsurarea pe care se bazează să fie solid verificată pentru consistență sau comparabilitate.

În prezent, posibilitatea de comparare a rezultatelor măsurărilor chimico-analitice se bazează adesea pe acorduri (de exemplu cu privire la metodele de măsurare) și este regional limitată. Dar, în etapa actuală este bine înțeles faptul că nu se pot obține rezultate ale măsurării credibile dacă nu li se poate demonstra trasabilitea la un sistem de măsurare recunoscut și agreat internațional sau la o scară convențională acceptată.

În situația rezultatelor de concentrație masică sau molară, obținute în majoritatea cazurilor prin metode de măsurare specifice spectro(foto)metriei analitice, pentru demonstrarea trasabilității trebuie ca spectrofotometrul sau spectrometrul utilizat să fie etalonat trasabil, iar materialele de referință (MR) necesare în întreg procesul de măsurare să aibe o matrice similară cu cea a eșantionului real analizat și să fie trasabile.

Aspecte ale utilizării MR-urilor spectrometrice pentru etalonarea și, respectiv, pentru verificarea

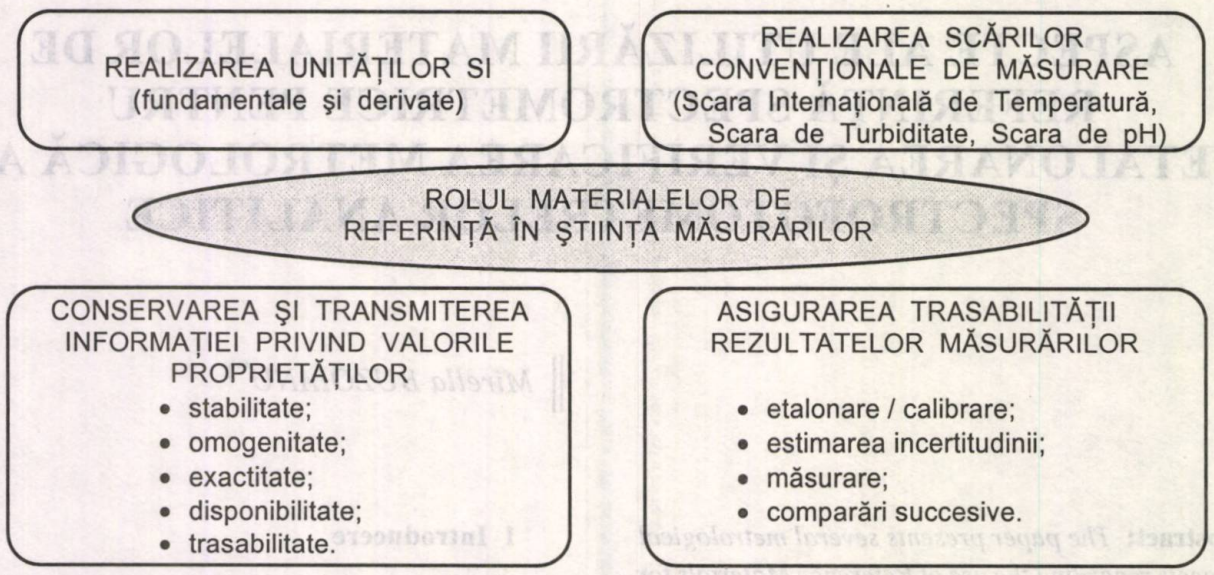


Figura 1 Rolul materialelor de referinţă în ştiinţa măsurării

metrologică a spectro(foto)metrelor analitice, îndeosebi a spectrofotometrelor cu absorbţie atomică utilizate pentru măsurarea concentraţiei masice de poluanţi metalici în ape, sunt prezentate în lucrare.

2 Consideraţii privind locul şi rolul materialelor de referinţă spectrometrice în sistemul materialelor de referinţă certificate

Prin definiţie [1], un material de referinţă este un material sau o substanţă ale cărei, una sau mai multe, valori ale proprietăţii (proprietăţilor) sale sunt suficient de omogene şi bine stabilite pentru a fi utilizate la etalonarea unui aparat de măsurat, evaluarea unei metode de măsurare sau atribuirea de valori materialelor (sau substanţelor).

Aşa cum sunt definite, materialele de referinţă contribuie la realizarea, conservarea şi transmiterea unor unităţi de măsură fundamentale şi derivate în timp şi spatiu, similar etaloanelor fizice şi satisfac definiţia dată pentru etaloane. Rolul acestor materiale în ştiinţa măsurării este descris sintetic în figura 1.

În totalul materialelor de referinţă ponderea cea mai mare o deţin materiale de referinţă de concentraţie şi compoziţie chimică. Datorită complexităţii metodelor de măsurare care utilizează aceste materiale şi pentru a evalua căile de realizare a trasabilităţii, Comitetul Consultativ pentru Cantitate de Substanţă din cadrul Biroului Internaţional pentru Măsuri şi Greutăţi [2] a stabilit iniţial o clasificare a acestor materiale, după natura lor, astfel:

1. MR de impurităţi într-un gaz (ex. CO_2);
2. MR – elemente anorganice în soluţii apoase simple (ex. Pb în apă);
3. MR – componente organice în soluţii simple;
4. MR – elemente anorganice în matrice complexă;
5. MR – componente organice în matrice complexă.

Apoi, a fost propusă [3] o clasificare a materialelor de referinţă în termeni de compoziţie şi, respectiv, de conţinut chimic, în acord cu tabelul 1.

În esenţă, un material de referinţă spectrometric este o soluţie care conţine un element anorganic într-o concentraţie bine determinată şi care se obţine dintr-un material din categoria A, B sau C, conform unei proceduri gravimetrice care asigură trasabilitatea rezultatelor exprimate în unităţi de concentraţie masică sau molară direct la unităţi fundamentale sau derivate, de tipul celei prezentate în figura 2. De regulă, aceste materiale sunt utilizate pentru etalonarea mijloacelor spectro(foto)metrice de măsurare sau pentru atribuirea de valori altor MRC de concentraţie.

Similar etaloanelor fizice, materialele de referinţă spectrometrice pot fi ierarhizate conform unei scheme generale de tipul celei prezentate în figura 3, dar pentru activitatea curentă de etalonare sau verificare metrologică a aparatelor utilizate în practica curentă a laboratoarelor analitice trebuie folosite materiale de referinţă certificate.

Tabelul 1

Propunere de clasificare a materialelor de referință în termeni de conținut

Categoria	Tipul materialului	Descriere şi criterii pe care trebuie să le îndeplinească (în termeni de compoziția materialului)
A	de înaltă puritate	entitate specificată (izotop, element, compus) Certificat izotopic sau stoichiometric ca o cantitate de substanță în raport cu totalul impurităților < 10 μmol/mol
B	reactiv primar	" < 100 μmol/mol
C	pur	un constituent > 950 mmol/mol
D	matrice	matrice cu unul sau mai mulți constituenți majori > 100 mmol/mol
E	cu constituenți minori	unul sau mai mulți constituenți minori în matrice < 100 mmol/kg
F	cu constituenți în urme	unul sau mai mulți constituenți în urme < 100 μmol/kg
G	cu constituenti în ultra urme	unul sau mai mulți onstituenți în ultra-urme < 100 nmol/kg
H	nedefinit	entitate nespecificată sau nedefinită

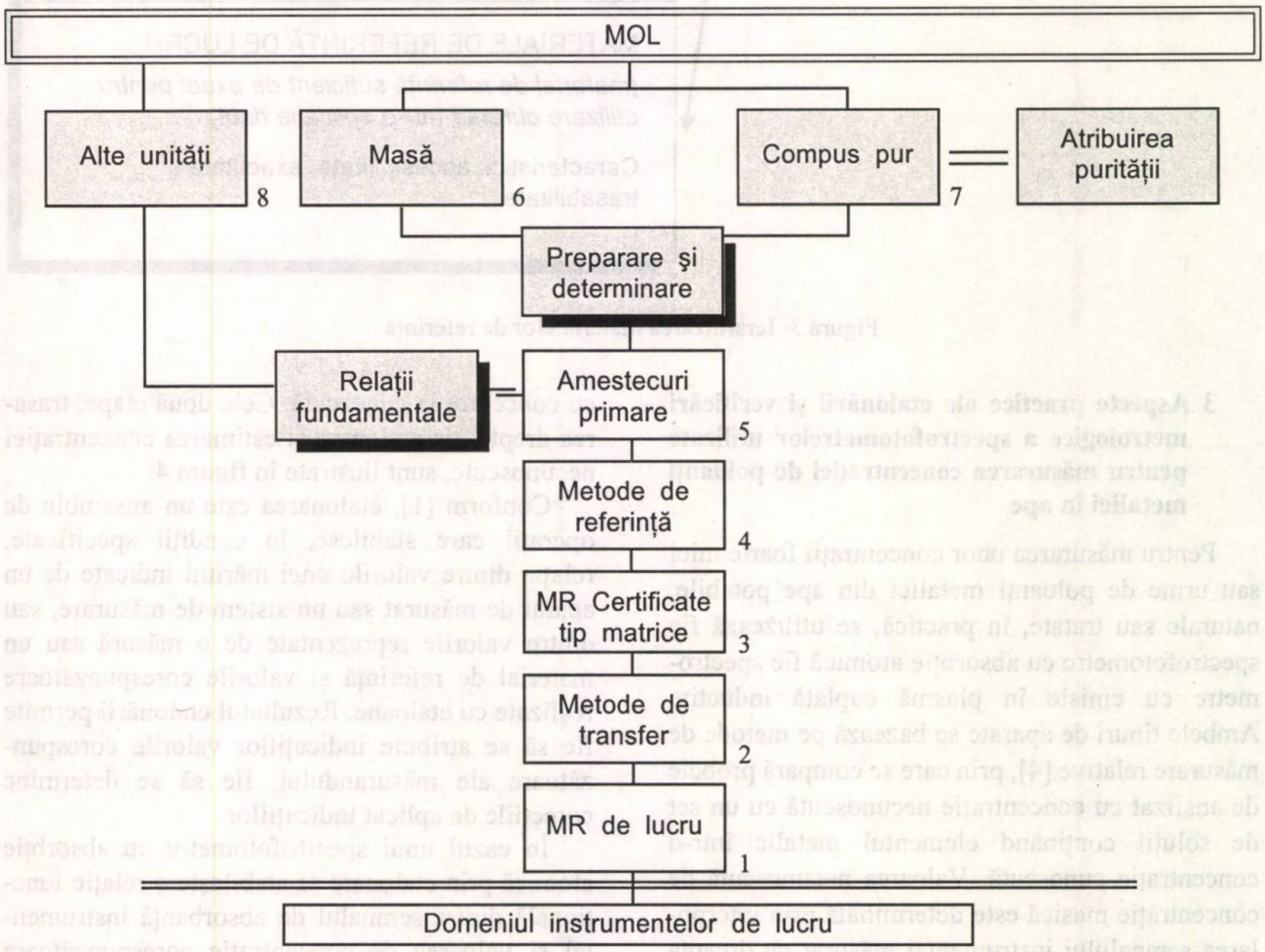


Figura 2 Schema generală de trasabilitate în chimie

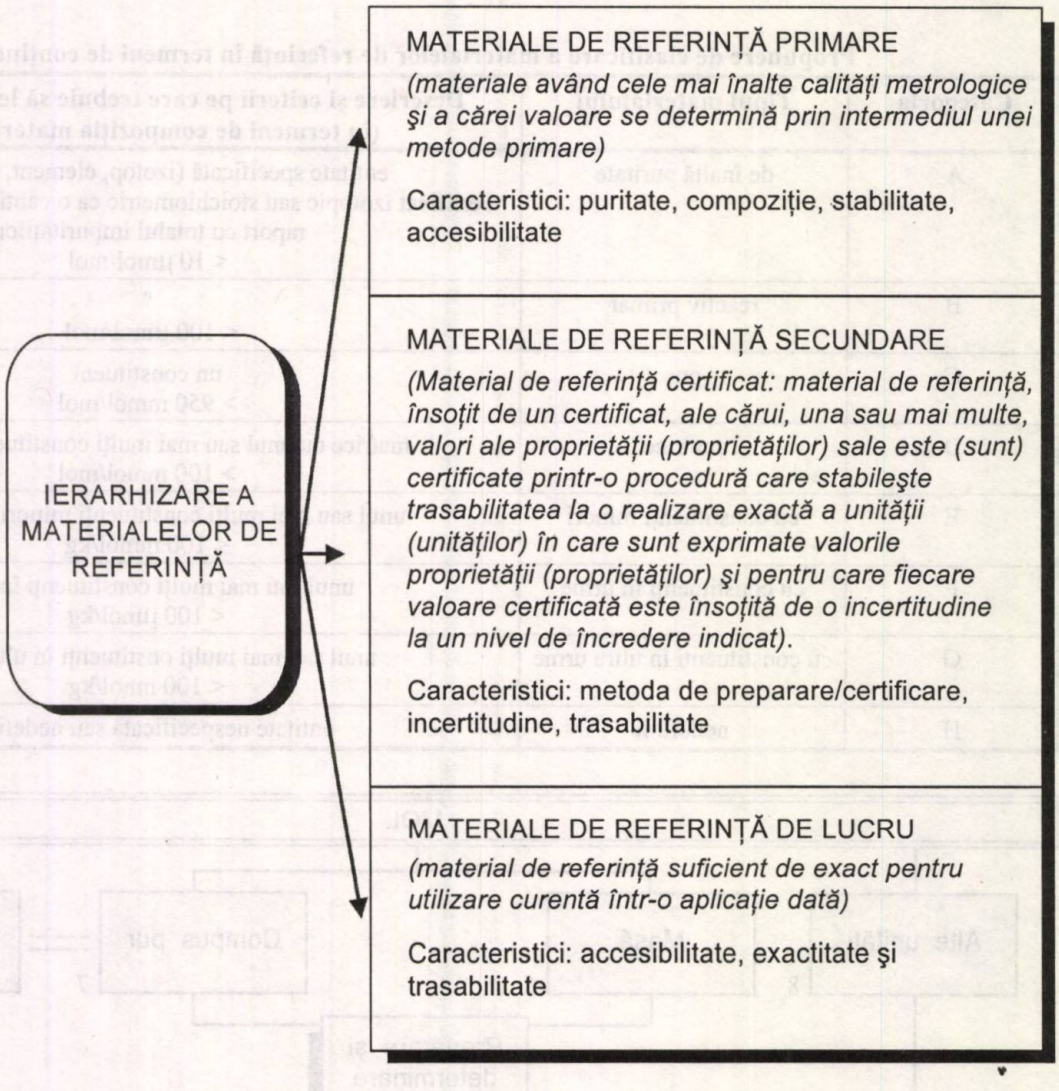


Figura 3 Ierarhizarea materialelor de referință

3 Aspecte practice ale etalonării și verificări metrologice a spectrofotometrelor utilizate pentru măsurarea concentrației de poluanți metalici în ape

Pentru măsurarea unor concentrații foarte mici sau urme de poluanți metalici din ape potabile, naturale sau tratate, în practică, se utilizează fie spectrofotometre cu absorbție atomică fie spectrometre cu emisie în plasmă cuplată inductiv. Ambele tipuri de aparate se bazează pe metode de măsurare relative [4], prin care se compară probele de analizat cu concentrație necunoscută cu un set de soluții conținând elementul metalic într-o concentrație cunoscută. Valoarea necunoscută de concentrație masică este determinată prin interpolarea semnalului instrumental măsurat pe dreapta de etalonare stabilită cu ajutorul setului de soluții cu concentrația cunoscută. Cele două etape, trasarea dreptei de etalonare și estimarea concentrației necunoscute, sunt ilustrate în figura 4.

Conform [1], etalonarea este un ansamblu de operații care stabilesc, în condiții specificate, relația dintre valorile unei mărimi indicate de un aparat de măsurat sau un sistem de măsurare, sau dintre valorile reprezentate de o măsură sau un material de referință și valorile corespunzătoare realizate cu etaloane. Rezultatul etalonării permite fie să se atribuie indicațiilor valorile corespunzătoare ale măsurandului, fie să se determine corecțiile de aplicat indicațiilor.

În cazul unui spectrofotometru cu absorbție atomică prin etalonare se stabilește o relație funcțională dintre semnalul de absorbanță instrumental și valoarea de concentrație corespunzătoare din materialul de referință. Această operație este

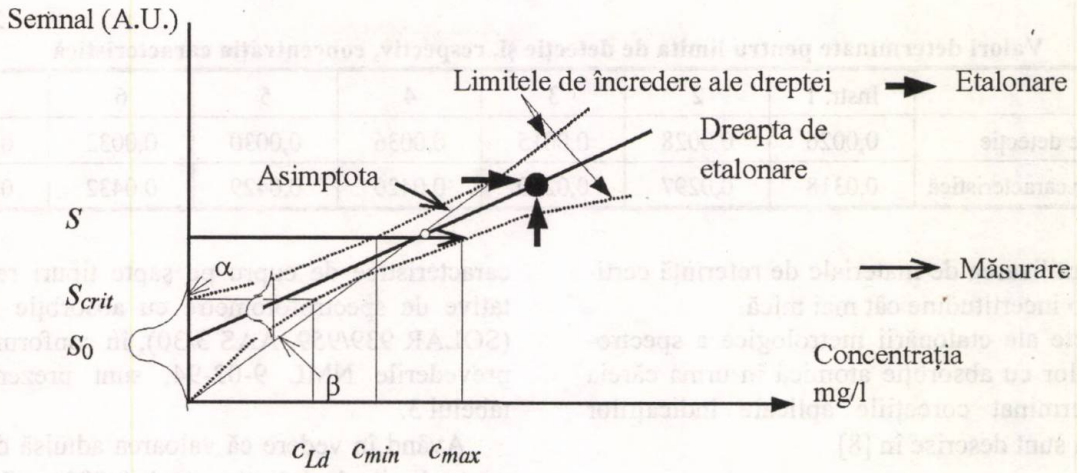


Figura 4 Etalonarea şi măsurarea concentraţiei masice printr-o metodă relativă

realizată de obicei de utilizator, conform unor metode standardizate [5]. Dreapta de etalonare obţinută este valabilă o perioadă de timp limitată de stabilitatea procesului de măsurare şi, respectiv, de exactitatea care se cere rezultatului final raportat.

Considerând şapte tipuri reprezentative de spectrofotometre cu absorbţie atomică, pentru elementul cupru, parametrii dreptelor de etalonare (departarea la origine, *a* şi panta, *b*) precum şi limitele de încredere asociate [6] sunt indicaţi în tabelul 2.

După cum se observă din tabel, valorile obţinute pentru panta dreptelor de etalonare au fost destul de omogene, în condiţiile în care numărul materialelor de referinţă spectrometrice folosite pentru etalonare, *N*, a variat între 1 şi 6, iar numărul de măsurări repetate efectuate pe acelaşi material, *n* a fost între 2 şi 10. Abaterea standard experimentală a dreptei de etalonare s-a încadrat între 0,0002 şi 0,0100, deci destul de dispersată. Aceste valori au stat la baza verificării ulterioare a limitei de detecţie şi a concentraţiei caracteristice.

Pornind de la aceste drepte de etalonare, măsurare unei concentraţii necunoscute se face prin interpolarea semnalului necunoscut. Pentru ca această interpolare să fie exactă este necesar ca spectrofotometrul să fie liniar, reproductibil, stabil şi sensibil în intervalul de măsurare specific elementului metalic considerat. În cazul spectrofotometrelor cu absorbţie atomică aceste condiţii se verifică metrologic conform metodelor indicate în NML 9-02-94, bazat pe Recomandare OIML 100 [7].

Incertitudinea de etalonare depinde deci de repetabilitatea instrumentului, de incertitudinea de măsurare a absorbanţei precum şi de incertitudinea valorii de concentraţie din materialul de referinţă folosit pentru etalonare. Din această cauză, pentru activităţile metrologice specifice, este absolut

Tabelul 2

Parametrii dreptei de etalonare şi limitele de încredere

	a	$s_{(a)}$	*b*	$s_{(b)}$	*N*	*n*	*s*
Instrument 1	0,001	0,0002	0,1385	0,0001	1	10	0,0002
Instrument 2	0,027	0,0007	0,1375	0,0016	4	3	0,0100
Instrument 3	0,036	0,0030	0,1515	0,0005	3	3	0,0040
Instrument 4	0,002	0,0003	0,1034	0,0002	1	2	0,0003
Instrument 5	0,013	0,0030	0,1025	0,0005	3	2	0,0040
Instrument 6	0,003	0,0005	0,1018	0,0001	6	3	0,0005
Instrument 7	0,002	0,0005	0,1018	0,0005	4	3	0,0005

Tabelul 3

Valori determinate pentru limita de detecţie şi, respectiv, concentraţia caracteristică

	Instr. 1	2	3	4	5	6	7
Limita de detecţie	0,0026	0,0028	0,0015	0,0036	0,0030	0,0032	0,0030
Concentr.caracteristică	0,0318	0,0297	0,0290	0,0420	0,0429	0,0432	0,0432

necesară utilizarea de materiale de referinţă certificate cu o incertitudine cât mai mică.

Aspecte ale etalonării metrologice a spectrofotometrelor cu absorbţie atomică în urma căreia s-au determinat corecţiile aplicate indicaţiilor aparatului sunt descrise în [8].

3.1 *Aspecte ale verificării metrologică a limitei de detecţie şi a sensibilităţii spectrofotometrelor cu absorbţie atomică*

Două caracteristici metrologice sunt importante pentru a determina că o anumită concentraţie poate fi detectată cu o încredere rezonabilă: limita de detecţie şi concentraţia caracteristică. Prin definiţie [7], limita de detecţie este concentraţia minimă măsurabilă, cu un nivel de încredere specificat, a unui element metalic care produce un semnal egal cu de trei ori abaterea standard experimentală a zgomotului de fond.

Concentraţia caracteristică este concentraţia unui element metalic de analizat care permite obţinerea unei valori de absorbanţă de 0,0044 care este echivalentă cu o diminuare a radiaţiei transmise de 1 %.

Deşi această definiţie diferă de definiţia generală a sensibilităţii instrumentale dată în [1], concentraţia caracteristică este o măsură a sensibilităţii şi în practică se utilizează ambele exprimări. Astfel, folosind valoarea calculată a pantei dreptei de etalonare, b, concentraţia caracteristică se determină cu relaţia:

$$c_{char} = \frac{0{,}0044}{b} \qquad (1)$$

Pentru a verifica atât limita de detecţie cât şi concentraţia caracteristică trebuie să se compare două concentraţii prin intermediul semnalelor instrumentale pe care le produc. Primul semnal corespunde unei soluţii care nu conţine elementul metalic de determinat (blancul), iar cel de-al doilea unei soluţii cu o concentraţie mică din acest element.

Câteva rezultate obţinute la verificarea iniţială sau periodică a limitei de detecţie şi a concentraţiei caracteristice de cupru pe şapte tipuri reprezentative de spectrofotometre cu absorbţie atomică (SOLAR 939/959, AAS 3/30), în conformitate cu prevederile NML 9-02-94, sunt prezentate în tabelul 3.

Având în vedere că valoarea admisă de NML pentru limita de detecţie este de 0,003 mg/L, atunci instrumentul 4 (tip SoLAR 939) ar trebui respins la verificarea metrologică. De asemenea, pentru o concentraţie caracteristică admisă de 0,03 mg/L atunci instrumentele 1, 4, 5, 6 şi 7 ar trebuie respinse. În această situaţie, însă, trebuie considerată şi incertitudinea de determinare a celor două caracteristici metrologice, incertitudinea de etalonare, incertitudinea asociată materialelor de referinţă spectrometrice utilizate la verificare precum şi condiţiile instrumentale de operare (semilărgimea de bansă, debitele de gaze, tipul arzătorului, tipul atomizorului etc.). De asemenea, se poate lesne observa că ambele caracteristici furnizează informaţii foarte utile despre performanţele intrinseci ale spectrofotometrelor (zgomot de fond, amplitudinea semnalului, sensibilitatea, raportul semnal-zgomot). Totodată, trebuie subliniat că pentru măsurarea unei probe reale de apă, influenţa matricei alterează mult aceste valori.

3.2 *Incertitudinea determinării limitei de detecţie şi a sensibilităţii spectrofotometrelor cu absorbţie atomică*

Deoarece valoarea limitei de detecţie sau a concentraţiei caracteristice este utilizată pentru a stabili dacă este posibilă utilizarea instrumentului la o anumită aplicaţie practică, ea trebuie asociată cu o incertitudine care să caracterizeze dispersia valorilor ce ar putea fi atribuite cu un nivel de încredere specificat.

Pornind de la relaţia (1), incertitudinea asociată concentraţiei caracteristice include o componentă aleatoare datorată variabilităţii pantei dreptei de etalonare şi o componentă sistematică datorată valorii certificate a materialului de referinţă spectrometric folosit pentru etalonare şi/sau verificare. Aşa cum este ilustrat în figura 4, pentru fiecare din

valorile de concentraţie (considerate iniţial constante) există o repartiţie statistică a semnalelor instrumentale în jurul estimaţiei dreptei de etalonare. Erorile asociate semnalului instrumental nu sunt constant omogene şi depind de distanţa faţă de centrul dreptei de etalonare. Astfel, pentru un semnal oarecare S măsurat pe o probă necunoscută este posibil să se estimeze un interval corespunzător (c_{min}–c_{max}) cu o probabilitate (1–α–β), unde α şi β sunt erorile de tip I şi II (fals pozitivă şi, respectiv, fals negativă).

În cazul particular în care limita superioară de încredere intersectează axa y (notată cu S_{crit} în figura 4), concentraţia este egală cu zero, corespunzător blancului. Abaterea standard experimentală a blancului este dată însă de s_a, iar limitele de încredere pentru a, considerând că semnalele instrumentale urmează o distribuţie Student, este $t_{(P;\, n-2)}s_a$. Deoarece limita de detecţie este luată la o anumită distanţă faţă de a, foarte departe însă de centrul dreptei de etalonare, limita de încredere inferioară poate fi aproximată prin asimptota descrisă de linia punctată din figura 4 şi descrisă de ecuaţia generală:

$$Y = a + b \cdot c + 3 \cdot t_{P;\, n-2} \cdot s_b \cdot (c - \bar{c}) \qquad (2)$$

Astfel, se poate descrie limita de detecţie în termeni de depărtare de la origine, a, pantă, b, abaterea standard experimentală a depărtării de la origine, s_a, abaterea standard experimentală a pantei, s_b, concentraţie, c, concentraţia corespunzătoare mijlocului dreptei de etalonare $\bar{c}$, astfel:

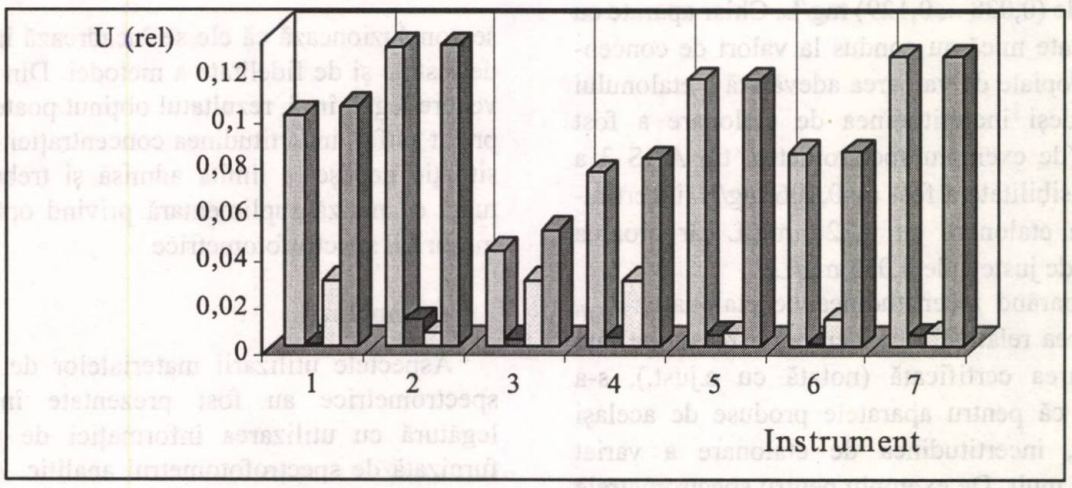
$$c_{L_d} = \frac{3 \cdot (s_a + \bar{c} \cdot s_b)}{b + 3 \cdot s_a} \qquad (3)$$

Din relaţia (3) se deduce că incertitudinea de determinare a limitei de detecţie poate fi estimată combinând (prin însumare pătratică) s_a, s_b şi incertitudinea valorii certificate de concentraţie. Cele trei componente amintite sunt ilustrate în figura 5.

După cum se observă, cea mai mică incertitudine s-a obţinut în cazul instrumentului 3 (5,08 %) şi cea mai mare în cazul instrumentului 2 (13,02 %). Aceste rezultate concordă cu faptul că pentru aceste nivele de concentraţie se preliminează o incertitudine de ordinul a cel puţin 11 % (rel).

3.3 *Rezultate comparative obţinute la verificarea metrologică a erorii de justeţe a indicaţiei concentraţiei*

O sinteză a incertitudinii de etalonare şi a erorilor de justeţe obţinute cu ocazia verificării



s_a	0,1000	0,1296	0,0417	0,0750	0,1154	0,0833	0,1250
s_b	0,0007	0,0114	0,0033	0,0039	0,0052	0,0006	0,0049
u_{MRC}	0,0289	0,0057	0,0289	0,0289	0,0057	0,0115	0,0057
s_{Ld}	***0,1041***	***0,1302***	***0,0508***	***0,0805***	***0,1156***	***0,0841***	***0,1252***

Figura 5 Componentele şi incertitudinea de determinare a limitei de detecţie

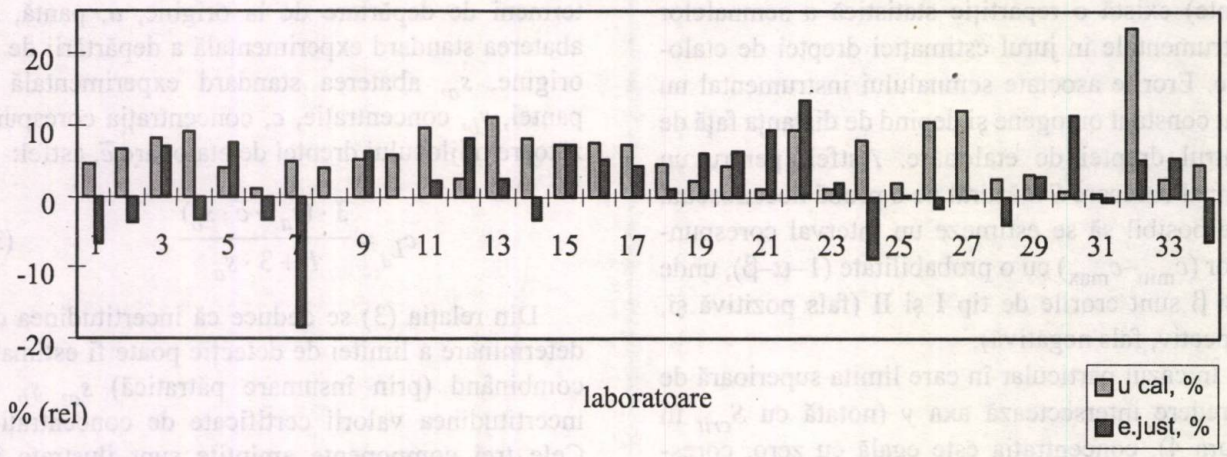


Figura 6 Dispersia erorilor de justeţe (rel) şi a incertitudinii de etalonare în cazul spectrometrelor cu absorbţie atomică

metrologice a 14 tipuri de spectrometre cu absorbţie atomică cu flacără din generaţii diferite, produse de firme specializate din Germania, SUA, Anglia şi România este prezentată în figura 6.

În situaţia analizată, dispersia valorilor de concentraţie măsurate s-a încadrat în intervalul (1,632 ... 2,270) mg/L, ceea ce a însemnat o abatere de – 18,4 % ... + 13,5 % faţă de valoarea certificată a materialului (2,000 ± 0,008) mg/L. Sensibilitatea instrumentelor s-a încadrat într-un interval de (0,038 ... 0,129) mg/L. Chiar aparate cu sensibilitate mică au condus la valori de concentraţie apropiate de valoarea adevărată a etalonului folosit, deşi incertitudinea de etalonare a fost ridicată (de exemplu spectrometrul tip AAS 3 a cărui sensibilitate a fost de 0,106 mg/L, incertitudinea de etalonare de 0,228 mg/L iar eroarea absolută de justeţe de 0,053 mg/L).

Comparând incertitudinea de etalonare, u_{cal}, cu abaterea relativă a concentraţiei măsurate faţă de valoarea certificată (notată cu e.just.), s-a observat că pentru aparatele produse de acelaşi fabricant, incertitudinea de etalonare a variat destul de mult. De exemplu pentru spectrometrele AAS 1 dispersia a fost: (1...9) % (rel), pentru cele AAS 3: (2,5...11,1) %, iar pentru AAS 30: (1,1...7,2) %. O incertitudine redusă de etalonare nu conduce automat la o eroare de justeţe mică (de exemplu spectrometrul ATI UNICAM 401).

Această concluzie a fost confirmată şi în cazul analizei plumbului din ape naturale. Valorile obţinute cu tipuri de spectrometre cu absorbţie atomică des întâlnite în laboratoarele de mediu pentru o concentraţie de 1,000 mg/l sunt prezentate în tabelul 4.

După cum se observă din tabel diferenţa dintre valorile medii măsurate şi cele certificate se găsesc în intervalul (0,003 ... 0,049) mg/L. Dacă comparăm aceste diferenţe cu eroarea metodei, evaluată conform ISO 5725, din relaţia:

$$2 \cdot \{[\, s_L^2 + s_r^2/n \,]/p\}^{0,5} =$$

$$= 2 \cdot \{[0,024^2 + 0,07^2/3]/3\}^{0,5} = 0,054 \quad (4)$$

se concluzionează că ele se încadrează în eroarea de justeţe şi de fidelitate a metodei. Din punct de vedere legal, însă, rezultatul obţinut poate fi interpretat astfel: incertitudinea concentraţiei în ultima situaţie depăşeşte limita admisă şi trebuie efectuată o analiză suplimentară privind optimizarea măsurării spectrofotometrice.

4 Concluzii

Aspectele utilizarii materialelor de referinţă spectrometrice au fost prezentate în strânsă legătură cu utilizarea informaţiei de măsurare furnizată de spectrofotometrul analitic. Având în vedere implicaţiile legale pe care le poate crea un rezultat de concentraţie masică pentru evaluarea calitaţii unui ecosistem, au fost accentuate aspectele verificării metrologice a spectrofotometrelor cu absorbţie atomică folosite, de regulă, pentru măsurarea concentraţiei de elemente metalice poluante din apa. S-au evidenţiat principalele performanţe metrologice pe care trebuie să le îndeplinească un astfel de mijloc de măsurare şi s-a

Tabelul 4

Valori de concentrație de plumb și incertitudini asociate determinate cu spectrometre cu absorbție atomică din generația AAS 3 și AAS 30

	AAS 30 (859878)	AAS 30 (867248)	AAS 3 (812125)
λ, nm	217,0	217,0	283,0
c_{carac}, mg/L	0,314	0,151	0,377
b	0,01408	0,0284	0,01115
a	– 0,00004	0,00051	0,0003
s_0	0,005	0,007	0,0016
N	6	4	3
n	3	3	3
A_{cx} (A_{medie})	0,014 (0,035)	0,029 (0,064)	0,012 (0,026)
c_x, mg/L	**1,012**	**1,003**	**1,049**
u_{estim}, mg/L	**0,028**	**0,019**	**0,117**
interval de încredere, mg/l	**0,984 ... 1,040**	**0,984 ... 1,022**	**0,932 .... 1,266**

exemplificat un model de evaluare a incertitudinii de determinare a limitei de detecție. Analizând comparativ o serie de erori de justețe a indicației concentrației determinate cu aceste aparate, s-a concluzionat că dispersia rezultatelor obtenabile în situații reale poate ajunge la valori semnificative.

BIBLIOGRAFIE

[1] SR 13251/96: Vocabular internațional de termeni fundamentalei și generali în metrologie

[2] *** CCQM, Raport du president, 1995/1997

[3] ISO/REMCO N455/1997: Traceability of chemical Analytical Measurements (Attempts to structure)

[4] ISO GUIDE 32/95: Calibration of chemical analyses and use of certified reference materials

[5] ISO 57251,3:1993, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results

[6] *Buzoianu M.*, Measurement uncertainty and legal limits in analytical measurements, Bull.OIML, vol. XLI, No. 1, January 2000

[7] OIML R 100 "Atomic absorption spectrometer for measuring metal pollutants in water"

[8] *Buzoianu M.*, Metrological calibration in traceability, Proceedings of the third workshop "The status of traceability in chemical Measurements", Bratislava, Slovacia, 6 – 8 septembrie 1999

EVOLUȚII ȘI PERSPECTIVE ÎN MĂSURAREA ELECTRICĂ A FORȚELOR

Dan-Mihai ȘTEFĂNESCU*)

Abstract: *Based on the long experience of the author in this field, the paper depicts the measurement of forces using electric methods, from schemes based on the use of a galvanometer to resistive transducers with build-in electronics and computer aided instrumentation.*

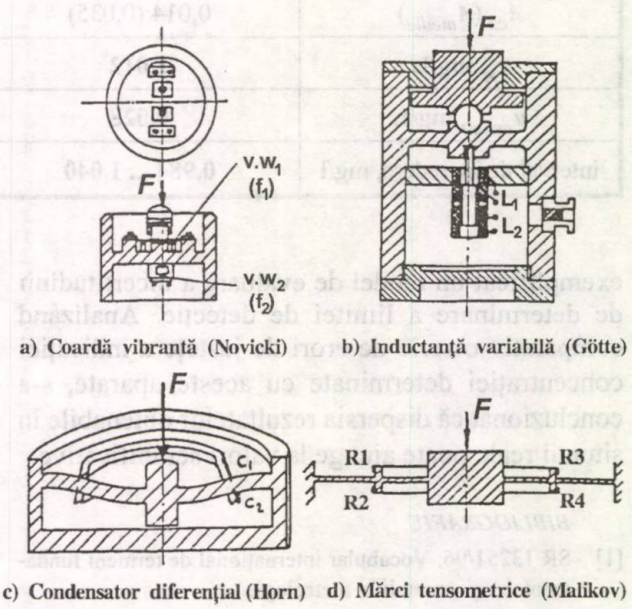
Résumé: *Basé sur la longue expérience de l'auteur dans ce domaine, l'article traite du mesurement des forces en utilisant des méthodes électriques a partir du schéma à galvanomètre jusq'aux capteurs résistifs avec électronique incorporée et à l'instrumentation assistée par l'ordinateur.*

1 Introducere

În prezent forța este măsurată aproape exclusiv prin metode electrice. Metodele neelectrice de măsurare a forței încep să păstreze doar un interes istoric. Dinamometrele mecanice nu mai sunt de actualitate decât în conjuncție cu instalații care dispun de laser. Dispozitivele mecanice, pneumatice sau hidraulice nu au sensibilitatea celor electronice, cu observația că nici un fenomen fizic nu transformă forța direct în semnal electric [1].

În ce privește metodele electrice, o ilustrare a acestora este redată în tabelul 1, care nu este exhaustiv; există și metoda giroscopică de măsurare a forțelor sau cea de cântărire radiometrică (nucleară). Dintre metodele electrice de măsurare a forței, sunt de departe predominante cele bazate pe traductoare rezistive. Este de subliniat și continua dezvoltare a dispozitivelor cu fibre optice, mărcile tensometrice de acest tip, inventate în 1978, necesitând totuși aparatură scumpă, precum interferometrul Mach-Zehnder.

Figura 1 prezintă principial [2] patru tipuri mai răspândite de traductoare de forță parametrice (f, L, C, R), toate diferențiale. Sensibilitățile lor sunt oarecum apropiate, dar cea mai mare gamă de sarcini o acoperă traductoarele electrotensometrice rezistive (TER) de forță, care asigură și avantajul prețului minim.



a) Coardă vibrantă (Novicki) b) Inductanță variabilă (Götte)

c) Condensator diferențial (Horn) d) Mărci tensometrice (Malikov)

Fig. 1 Tipuri de traductoare pentru măsurarea electrică a forțelor

2 Lanțul de măsurare electrică a forței

Figura 2 redă principial structura unui sistem de măsurare electrică a forței, schema sa funcțională. Mărimea mecanică vectorială de la intrarea sistemului de măsură este forța **F**, care, printr-un șir de transformări succesive, este convertită în tensiune electrică la ieșire, adică o mărime scalară U_E. Succesiunea transformărilor lineare ale mărimilor fizice, de la aplicarea sarcinii și până la citirea indicației corespunzătoare, este următoarea:

*) Cercet. șt. princ. dr. ing. la Institutul Național de Cercetări Aerospațiale „Elie Carafoli" – București.

Tabelul 1

Metode de măsurare electrică a forţelor

REZISTIVE (OHMICE)	cu mărci tensometrice (TER)	„Nicolina" Iaşi, I. N. Metrologie – filiala Timişoara
	piezorezistive (semiconductoare)	I.F.T.M. Măgurele, Kistler-Morse, Kyowa, Philips
	cu fire întinse	F.E.A. Bucureşti, Hellige, SWEMA (S)
	potenţiometrice	Unimeasure, Coutant Transducers
	magnetorezistive (tole silicioase)	R.T. Rakowski – Univ. Brunel (West London)
INDUCTIVE	transformatoare diferenţiale inductanţe mutuale	I.A.U.C. Bucureşti, Schaevitz, Hottinger Schlumberger, Microelectronics – New Jersey
CAPACITIVE	condensatoare speciale sau capacităţi diferenţiale	Eilersen Electric (Vædbek, Dk) K. Horn – Universitatea Braunschweig
PIEZOELECTRICE	cristale de cuarţ şi amplificatoare de sarcină	I.C.P.E. Bucureşti Kistler, PCB Piezotronics Inc., Endevco
ELECTRODINAMICE	impedanţe mecanice excitatoare de vibraţii	Brüel & Kjær, M. Kochsiek – P.T.B. (D) VEB Schwingungstechnik – Dresden, Mettler-Toledo
ELECTROMAGNETICE	balanţe de forţe electromanometre	Shinko Denshi Bell & Howell
MAGNETOELASTICE	efect Villari la materiale feromagnetice suspensii magnetice, nanobalanţe	ICMET (Electroputere) Craiova, ASEA Inst. Politehnic Cluj/Napoca, Th. Gast – T.U. Berlin
Cu COARDĂ VIBRANTĂ	sesizoare (digitale) de frecvenţă Δf discriminatoare	INCERC – Iaşi, D. Theiß – SCHENCK Wägetechnik Gage Technique Ltd. (Trowbridge)
MICROREZONATOARE	circuite oscilante diapazoane acordabile	S. Büttgenbach – Univ. Tehnică Braunschweig The Metrology Center of Dublin University
Cu ULTRASUNETE	impulsuri în piezoceramică lasere şi emisie acustică	Hagiwara Electric (Nagoya) ONERA, Non-Destructive Testing Intl. (Elsevier)
ACUSTICE	generatoare de unde de suprafaţă	T. Sachs – Universitatea Tehnică München SIEMENS – Technologie für Innovationen
OPTICE	cu microscop electronic (atomic)	D.F.L. Jenkins – U. Manchester, A. Torii – U. Nagoya
	cu fibre optice (şi interferometru Mach-Zehnder)	P. Washabaugh – Univ. Ann Arbor, Michigan
	cu optică integrată	K. Fischer – Univ. Tehnică Hamburg – Harburg
	foto-semiconductoare	T. Fukuda – Universitatea Tokio
	reţele moiré (40 linii/mm)	Photoelastic Inc. – Measurements Group – Vishay
	fotoelastice, dispozitive cu cristale lichide	REFER, Cat. Rezist. Mater. – Politehnica Bucureşti

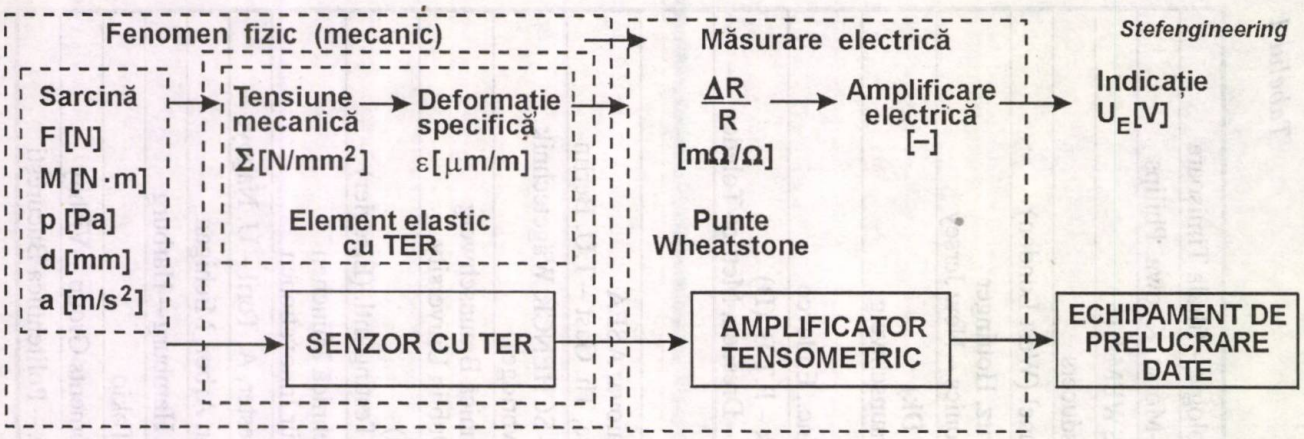


Fig. 2 Schemă-bloc de sistem tensometric pentru măsurarea forțelor

- Forța **F** → tensiunea mecanică σ (relații din Rezistența materialelor);
- Tensiunea σ → deformația specifică ε (conf. legii lui R. Hooke, 1678);
- Alungirea ε → variația relativă de rezistență $\Delta R/R$ (W. Thomson, Lord Kelvin, 1856);
- Raportul $\Delta R/R$ → variația tensiunii electrice ΔU_E (C. Wheatstone, 1843).

Se evidențiază astfel o funcție de transfer globală, în care sensibilitatea traductoarelor de forță joacă un rol important. Acest model structural reflectă complexitatea sistemului de măsurare tensometrică a forțelor, bazat pe fluxul transformărilor arătate mai sus:

$$F \rightarrow \sigma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \Delta R \rightarrow \Delta U_E.$$

Schema clasică asociată traductoarelor electrotensometrice rezistive este puntea Wheatstone; în calitate de circuit pentru traductoare parametrice (variație rezistivă), aceasta suscită interesul mai ales în regim neechilibrat, în care se pot măsura și fenomene dinamice, din acest ultim punct de vedere fiind preferată alimentarea în curent continuu.

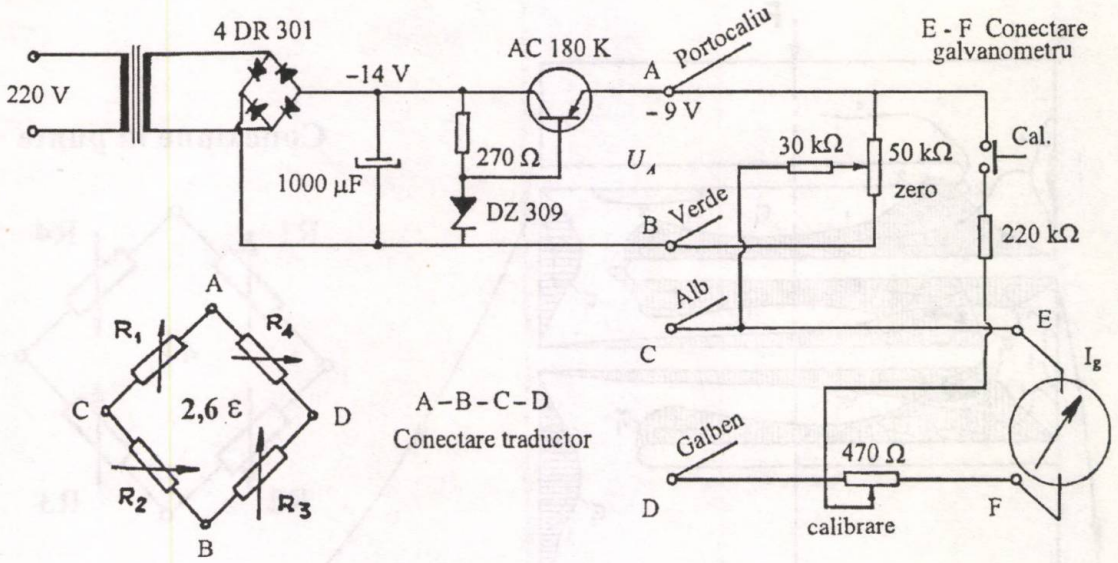
TER de 120 Ω sunt uzuale în aplicațiile industriale, în timp ce TER de 350 Ω sunt recomandate pentru traductoarele de înaltă precizie. De la 120 Ω a pornit Arthur Ruge, un „pionier al tensometriei", această valoare fiind necesară pentru amortizarea critică a galvanometrului conectat pentru a sesiza echilibrul punții Wheatstone. Întreaga „istorie" a metodelor de măsurare electrică a forțelor – o retrospectivă a realizărilor din 19 țări, inclusiv România – a fost evocată și consemnată cu ocazia *Semicentenarului mărcilor tensometrice și traductoarelor de forță*, desfășurat la Houston, Texas, în octombrie 1988. În prezenta lucrare autorul prezintă cronologic câteva realizări proprii semnificative din acest domeniu, cu actualizările corespunzătoare.

Un montaj de punte simplă cu galvanometru (fără etaj de amplificare) (fig. 3) a fost utilizat în cadrul unui contract de cercetare științifică finalizat de autor în 1976, la INCREST, corelat cu un dinamometru tensometric pentru bancul de testare al verinelor. Traductorul de forță este de tip tubular (ϕ_{ext} = 18 mm; ϕ_{int} = 10 mm), executat din oțel elastic și proiectat să măsoare sarcini până la 5 tone (5×10^4 N). S-au utilizat mărci tensometrice LA 22 (Hottinger), cu baza de 3 mm, rezistența R = 120 Ω și constanta tensoelastică k = 1,95. TER sunt conectate în punte Wheatstone, cu două brațe active și două pasive, alimentată cu tensiune continuă stabilizată de 9 V și având în diagonala de măsurare un galvanometru cu spot luminos DG 20, având rezistența internă R_g = 216 Ω, ceea ce înseamnă I_g = 26 μA.

Condiționerul de semnal (fig. 3) asigură și echilibrarea punții și verificarea calibrării aparatului, rezultând în final o pantă a dreptei de etalonare de 30 kg/diviziune.

3 Traductoare tensometrice de forță

Numeroși specialiști sunt unanimi în părerea că actualmente senzorul (traductorul) constituie partea esențială a sistemului de măsurare, care îi determină principalele caracteristici metrologice [3], [4] etc. Oricât de perfecționat ar fi blocul de prelucrare (procesare) – circuitele electronice de condiționare și amplificare, microcalculatoarele încorporate sau computerul asociat – performanțele globale sunt totdeauna determinate de senzor,



$$\frac{I_g}{U_A}=\frac{R_1\cdot R_4-R_2\cdot R_3}{R_g(R_1+R_2)(R_3+R_4)+R_1R_2R_3+R_2R_3R_4+R_3R_4R_1+R_4R_1R_2}=\ldots=\frac{k\cdot\varepsilon}{2\cdot(R+R_g)} \quad (1)$$

Fig. 3 Punte Wheatstone cu galvanometru

care nu poate fi îmbunătăţit dincolo de anumite limite.

Definind sensibilitatea globală ca variaţie a semnalului de ieşire raportată la excitaţia (alimentare, echilibrare şi apoi solicitare) aplicată punţii tensometrice, cu raportul exprimat în µm/m (mecanic) sau mV/V (electric), formula (2) relevă şi factorii săi de creştere:

$$S=\frac{\Delta U_E}{U_A}=\frac{n}{4}\cdot k\cdot\varepsilon \quad (2)$$

Aceştia sunt, în ordine: n – factorul de punte (numărul echivalent de braţe active ale punţii Wheatstone), k – factorul mărcii sau coeficientul de tensosensibilitate, ε – deformaţia specifică. Pe lângă cei trei factori adimensionali enumeraţi, o influenţă indirectă asupra creşterii sensibilităţii traductoarelor tensometrice de forţe o poate avea mărirea rezistenţei electrice R a TER, deci a semnalului util U_E, prin posibilitatea creşterii tensiunii de alimentare U_A a punţii.

În creşterea performanţelor sistemului de măsurare, un rol deosebit îl joacă optimizarea traductorului de forţă [5], pornind de la criterii specifice [6]. Optimizarea unei structuri elastice se referă la toate etapele realizării sale: concepţie, prelucrare, calibrare, utilizare, tipice unui sistem ingineresc, cea mai importantă fiind etapa conceptuală.

O contribuţie proprie, realizată în etapa de activitate politehnică a autorului, o reprezintă paralelipipedul cu fante transversale (fig. 4), element elastic propice şi pentru traductoarele rezistive de forţă [7]. Acest solid tridimensional a fost studiat teoretic, folosind o metodă numerică – cea a elementelor finite (MEF), precum şi investigat prin fotoelasticitate – o metodă de analiză experimentală a tensiunilor mecanice. Comparând rezultatele obţinute prin cele două metode, se constată că acestea sunt apropiate şi concordă cu determinările prin tensometrie electrică rezistivă, poziţiile optime ale mărcilor tensometrice, toate active (R_1, R_2, R_3, R_4), ca şi modul lor de conectare în punte Wheatstone, rezultând din figura 4.

Metodele de creştere a sensibilităţii traductoarelor tensometrice de forţă sunt analizate pe larg în teza de doctorat a autorului [8].

4 Traductoare de forţă inteligente

Instrumentaţia modernă ilustrează posibilităţile nelimitate de alcătuire a „lanţurilor" tensometrice, atât pentru procese industriale, cât şi pentru determinări de laborator de mare exactitate. Partea analogică este redusă la minim, iar condiţionarea semnalului devine sarcina PC-ului, care,

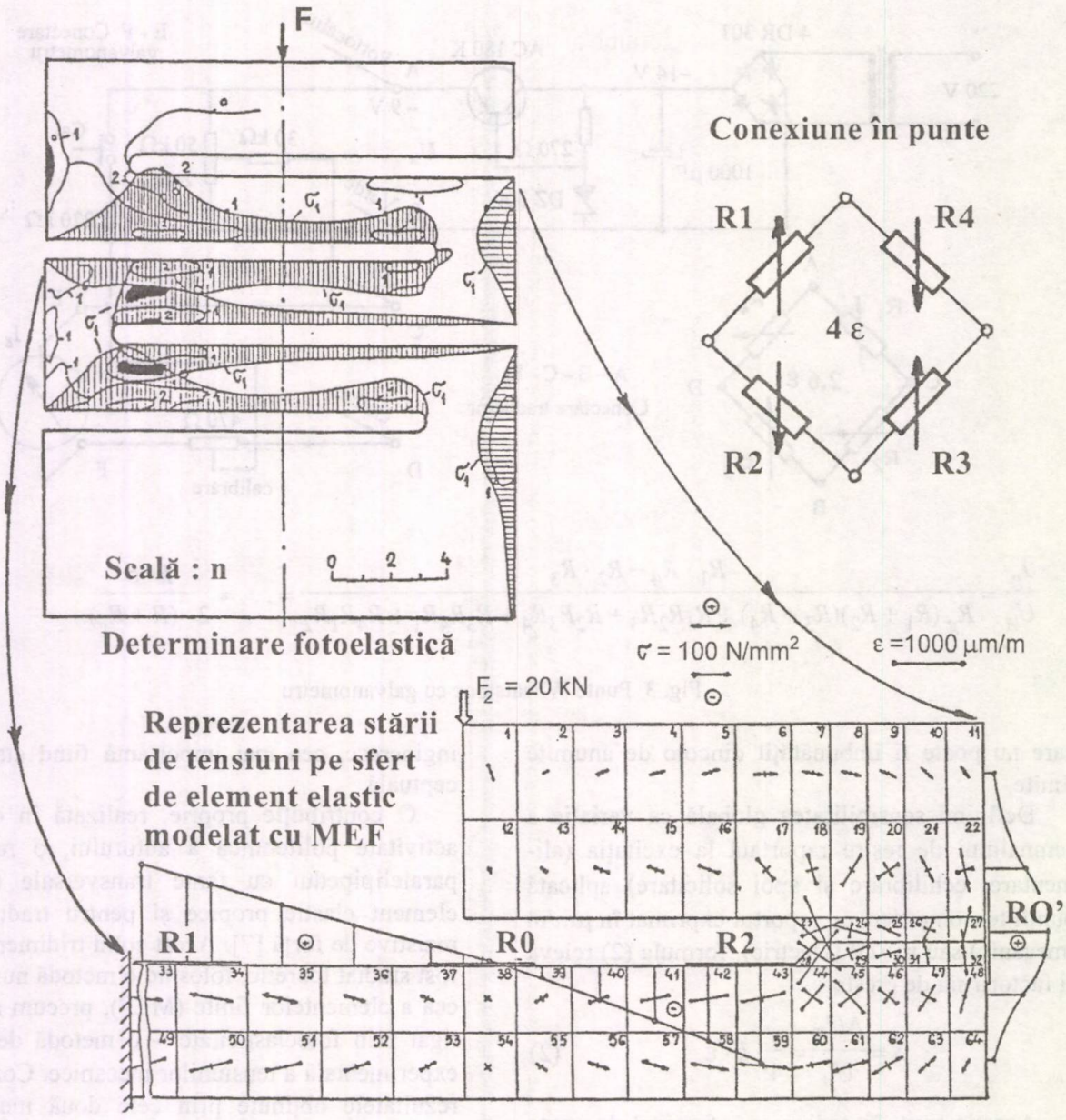


Fig. 4 Element elastic pentru traductor tensometric de forță

pe baza unor algoritmi specifici şi folosind programe de aplicație dedicate, realizează o lungă listă de funcțiuni (fig. 5). Traductorul se va uni cu electronica aferentă sau se va ajunge la instrumentul virtual. Traductoarele clasice de forță se pot conecta la indicatoare digitale, specializate pentru operații de cântărire electronică [9], [10]. De asemenea, se produc şi indicatoare speciale, aplicate la cârligele macaralelor [11]. Există dinamometre electronice portabile, cu traductorul închis în cutie [12] sau traductoare de forțe cu electronica înglobată în ele [13]. Realizările recente includ afişajul numeric (în unități inginereşti) în traductorul tensometric de forță [14], care arată ca un ceas de mână, purtând denumirea de *Digi-force* [15]. Se concep balanțe electronice multifuncționale ca echipamente periferice ale PC-ului.

Trecerea de la traductorul de forță clasic/convențional la cel inteligent (fig. 6), care înglobează trei subsisteme (senzor, electromecanică, informatică) [16], sporeşte sensibilitatea intrinsecă a măsurării forței şi, totodată, permite reducerea semnificativă a influenței factorilor perturbatori. În prezent există două căi de evoluție opuse:

- includerea în interiorul traductorului a unor componente electronice şi informatice, astfel încât acesta să devină o „cutie neagră" la îndemâna oricărui utilizator, traductorul, prevăzut cu trei porţi (intrare, interogare şi ieşire), fiind capabil să îndeplinească o mare parte din funcţiunile sistemului;
- simplificarea extremă a traductorului, redus de cele mai multe ori la o simplă punte Wheatstone, şi folosirea unor interfeţe (plăci de achiziţie de date şi control, eficace şi performante), care să asigure conectarea digitală la orice calculator personal, devenit astfel instrument virtual pentru măsurarea forţei [17].

Indiferent de evoluţia instrumentaţiei şi de explozia informaţională, traductorul (tensometric) de forţă rămâne elementul esenţial al sistemului şi poate fi definit din cinci puncte de vedere [18]:

– matematic: „rezolvitor" al forţei vectoriale;
– mecanic: arc (element elastic);
– termic: sesizor rezistiv de temperatură, pentru corectarea efectelor termice;

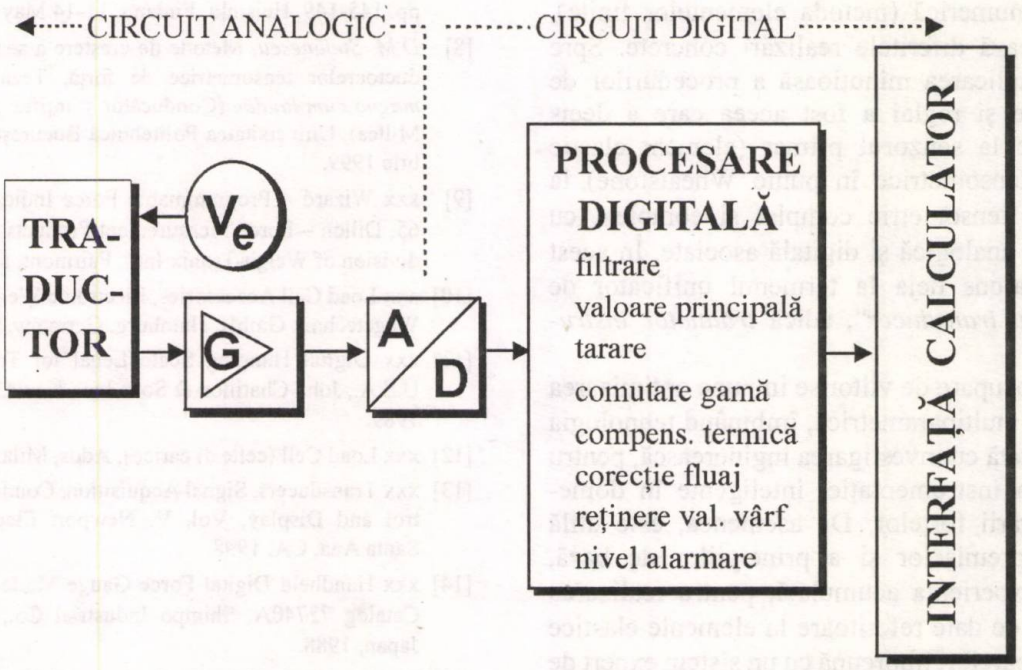


Fig. 5 Extinderea digitalizării la traductoarele tensometrice de forţă

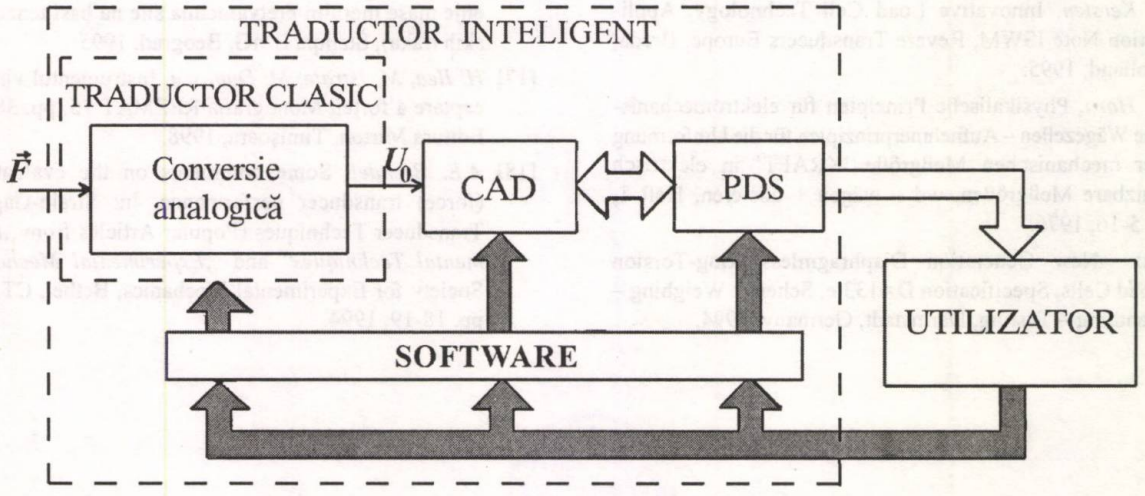


Fig. 6 Schemă-bloc a unui traductor de forţă inteligent

– electric: traductor în sensul propriu al cuvântului;

– metrologic: propriul său dispozitiv de testare (autocalibrare), la care exactitatea este mai importantă decât sensibilitatea, ambele aflându-se totuşi la cote înalte.

5 Concluzii

Pentru realizarea traductoarelor performante de forţă au fost folosite tehnici hibride, metode combinate de analiză experimentală a tensiunilor (fotoelasticitate şi tensometrie electrică rezistivă) şi analiză numerică (metoda elementelor finite), care validează diferitele realizări concrete. Spre exemplu, aplicarea minuţioasă a procedurilor de compensare şi reglaj a fost aceea care a decis trecerea de la senzorul primar (element elastic cu mărci tensometrice în punte Wheatstone) la traductorul tensometric complet şi complex, cu electronica analogică şi digitală asociate. În acest sens, s-a ajuns deja la termenul unificator de *„instrument transducer"*, adică *traductor instrumentat.*

Ca preocupare de viitor se impune optimizarea structurală multiparametrică, îmbinând tehnologia computerizată cu investigarea inginerească, pentru dezvoltarea instrumentaţiei inteligente în domeniul măsurării forţelor. De asemenea, este utilă stabilirea premiselor şi a principiilor de bază, utilizând experienţa acumulată, pentru realizarea unei bănci de date referitoare la elemente elastice ale traductoarelor, împreună cu un sistem expert de proiectare computerizată.

BIBLIOGRAFIE

[1] *J. Kersten*, Innovative Load Cell Technology, Application Note ISWM, Revere Transducers Europe, Breda, Holland, 1995.

[2] *K. Horn*, Physikalische Prinzipien für elektromechanische Wägezellen – Aufnehmerprinzipien für die Umformung der mechanischen Meßgröße 'KRAFT' in elektrisch nutzbare Meßgrößen, wd – wägen + dosieren, Heft 1, S. 5-16, 1976.

[3] xxx New Generation Diaphragmless Ring-Torsion Load Cells, Specification D 4133 e, Schenck Weighing – Handling – Testing, Darmstadt, Germany, 1994.

[4] xxx Load Cell Product Guide, Tedea – Huntleigh, World Leaders in Load Cell Technology, Cardiff, United Kingdom, SFC – 1/12.1994.

[5] xxx Load Transducers to give you more material testing versatility, MTS Systems Corporation, Minneapolis, MN, Copyright 1991.

[6] *D.M. Ştefănescu, A. Sandu, M. Sandu, Şt. Sorohan*, Computation particularities for the elastic elements of strain gauge transducers, Proceedings of the 10th International Conference on *Experimental Mechanics*, Vol. II, pp. 983-986, Lisbon, Portugal, 18-22 July 1994.

[7] *D.M. Ştefănescu, V. Ştefănescu, T. Mănescu*, A new inductive force transducer, Proceedings of the 13th International Conference on *Force and Mass Measurement*, pp. 145-149, Helsinki, Finland, 11-14 May 1993.

[8] *D.M. Ştefănescu*, Metode de creştere a sensibilităţii traductoarelor tensometrice de forţă, Teză de doctorat *magna cum laudae* (Conducător ştiinţific: dr. ing. Aurel Millea), Universitatea Politehnică Bucureşti, 10 septembrie 1999.

[9] xxx Wizard – Programmable Force Indicator, Prospect 65, Dillon – Force Measurement Products & Systems (a division of Weigh-Tronix Inc), Fairmont, MN, 7/1998.

[10] xxx Load Cell Accessories, Electronic Weighing, Philips Wägetechnik GmbH, Hamburg, Germany, 9498/1993.

[11] xxx Digital Hanging Scale Legal for Trade Made in U.S.A., John Chatillon & Sons Inc., Kew Gardens, N.Y., 1989.

[12] xxx Load Cell (celle di carico), Ados, Milan, Italy, 1990.

[13] xxx Transducers, Signal Acquisition, Conditioning, Control and Display, Vol. V, Newport Electronics, Inc., Santa Ana, CA, 1998.

[14] xxx Handheld Digital Force Gauge Model DFG 0.2 K, Catalog 72740A, Shimpo Industrial Co., Ltd., Kyoto, Japan, 1988.

[15] xxx Force Measurement Products: A Complete Line of Force Gauges, Test Stands & Accessories, Bulletin J-90, Ametek – Mansfield & Green Division, Largo, FL, 1990.

[16] *S. Škundric, D. Kovacevic*, Electromehanicke vage (Merenje mase mernim pretvaracima sile na basi tenzometarskih traka), Štampa BMG, Beograd, 1995.

[17] *H. Ilea, M. Istrate, M. Dudescu*, Instrumentul virtual de captare a forţei, Monografia REZMAT 75, pp. 386-389, Editura Mirton, Timişoara, 1998.

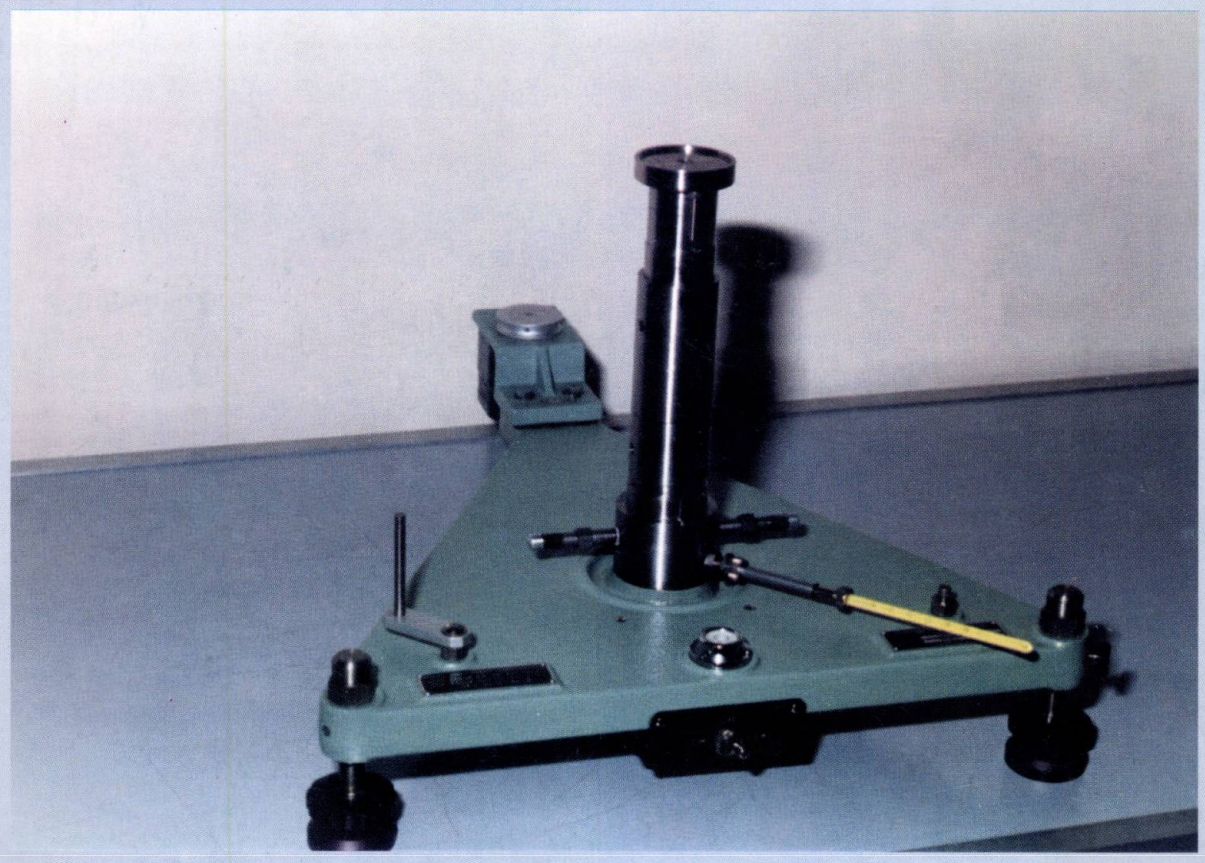
[18] *A.E. Brendel*, Some comments on the evaluation of (force) transducer performance, In: Strain-Gage and Transducer Techniques (Popular Articles from *„Experimental Techniques"* and *„Experimental Mechanics"*), Society for Experimental Mechanics, Bethel, CT, Nr. 1, pp. 18-19, 1994.

ORSZÁGOS MŰSZAKI KÖZPONT ÉS KÖNYVTÁR

INM Nr.3/2000

E8225 F F
8 000001 245181

metrologie



BUDAPESTI MŰSZAKI ÉS GAZDASÁGTUDOMÁNYI EGYETEM
Műszaki Információs Központ és Könyvtár
2001

SUMMARY

ION SANDU: The national standard for relative pressure 66

PAUL DÂRVARIU: Measuring thermal energy using heat meters and distributing heating costs among the inhabitants of blocs of flats (I) 69

IOAN FLORIAN CREȚU: Several practical aspects regarding traceability in the case of measuring systems for large quantities of fluids 75

NICOLAE FÂNTÂNARU, DAN HODOR: The influence of the environment conditions and of overloading on the load cells 82

NICOLAE FÂNTÂNARU, VSEVOLOD BURCĂ: Measuring vibrations produced by the ZDMPu10 hydraulic pulse generator 88

INFORMATION

SOMMAIRE

ION SANDU: L'étalon national de pression rélative. . 66

PAUL DÂRVARIU: Le mesurage de l'énergie thermique à l'aide des compteurs et la repartition des coûts de chauffage entre les habitants des immeubles colectifs (I) 69

IOAN FLORIAN CREȚU: Quelques aspects practiques concernant la traceabilité dans le cas des systèmes pour le mesurage des grandes quantités de fluides . 75

NICOLAE FÂNTÂNARU, DAN HODOR: L'influence des conditions de l'environnement et de la surcharge sur les cellules de charge 82

NICOLAE FÂNTÂNARU, VSEVOLOD BURCĂ: Le mesurage des vibrations produites par le pulsateur hydraulique ZDMPu10 88

INFORMATIONS

REDACȚIA

INSTITUTUL NAȚIONAL DE METROLOGIE

Şos. Vitan-Bârzeşti nr. 11, sector 4, tel. 3345060/127
şi 3345520; Bucureşti; 75669

ISSN 1200-546 X

EDIȚIE REALIZATĂ SUB ÎNGRIJIREA

Editurii Tehnice

Piața Presei Libere 1, sector 1, Bucureşti, cod poştal 71341,
tel. 222.66.30, fax 224.21.64

Cererile pentru abonamente vor fi adresate Editurii Tehnice S.A., Biroul de comenzi şi desfacere,
Bucureşti, str. Oteteleşeanu nr. 1, sector 1, cod poştal 70702. tel. 315.88.66
cont virament 2511.1 – 200.1 / ROL deschis la BCR sector 1.
Costul unui abonament anual este 96 000 lei.

BUDAPESTI MŰSZAKI ÉS GAZDASÁGTUDOMÁNYI EGYETEM
Országos Műszaki Információs Központ és Könyvtár
2001

METROLOGIE

Publicaţie tehnico-ştiinţifică

editată de

INSTITUTUL NAŢIONAL DE METROLOGIE

SUMAR

ION SANDU: Etalonul naţional de presiune 66

PAUL DÂRVARIU: Contorizarea energiei termice şi repartizarea individuală a cheltuielilor pentru încălzire la blocurile de locuinţe (I) 69

IOAN FLORIAN CREŢU: Unele aspecte practice privind trasabilitatea în cazul sistemelor pentru măsurarea cantităţilor mari de fluide 75

NICOLAE FÂNTÂNARU, IONEL POPA: Influenţa condiţiilor de mediu şi a supraîncărcării la celule de măsurat sarcini 82

NICOLAE FÂNTÂNARU, VSEVOLOD BURCĂ: Măsurarea vibraţiilor produse de pulsatorul hidraulic ZDMPu 10 88

INFORMAŢII

*
* *

Colectivul de redacţie: dr. ing. Dragoş BOICIUC (*redactor responsabil adjunct*), dr. ing. Mirella BUZOIANU, dr. ing. Florin CREŢU, drd. ing. Dumitru DINU, dr. ing. Steluţa DUŢĂ, drd. ing. Sonia GAIŢĂ, conf. univ. dr. ing. Fănel IACOBESCU (*redactor responsabil*), drd. ing. George POPA drd. ing. Gelu POPOVICI, drd. ing. Mihai SIMIONESCU, drd. ing. Ionel URDEA

Secretar de redacţie: dipl. univ. Irina STAN

METROLOGIE, vol. XLVII (Serie nouă) nr. 3/2000 pag. 65–96

ETALONUL NAȚIONAL DE PRESIUNE

Ion SANDU*)

Abstract: *The paper presents the national standard for relative pressure of Romania and its main metrological characteristics. The method used to derive the relative pressure reproduced by the standard is presented as well as the evaluation of the associated uncertainty.*

Résumé: *L'article présente l'étalon national de pression rélative de la Roumanie et ses pricipales caractéristiques métrologiques. On décrie le calcul de la pression reproduite par l'étalon et l'incertitude associée.*

Etalonul național de presiune relativă este reprezentat de manometrul cu piston și greutăți RUSKA – SUA, tip 2400, seria 21601 – LC 486.

Etalonul are în compunere următoarele părți principale:

- ansamblul piston – cilindru, seria LC 486, montat pe un suport stabil cu trei picioare reglabile (fig. 1);
- trusele de greutăți, seria 21711, din oțel inoxidabil nemagnetic (fig. 2 și 3);
- pompa de presiune, echipată cu un manometru de control;
- motorul electric, pentru rotirea pistonului, montat pe suport.

Suportul ansamblului piston – cilindru este prevăzut cu o piesă de racordare la pompa de presiune și o nivelă pentru fixarea ansamblului piston – cilindru în poziție verticală.

În interiorul suportului ansamblului piston – cilindru, aproape de baza inferioară a cilindrului, se află un termometru din sticlă, utilizat pentru

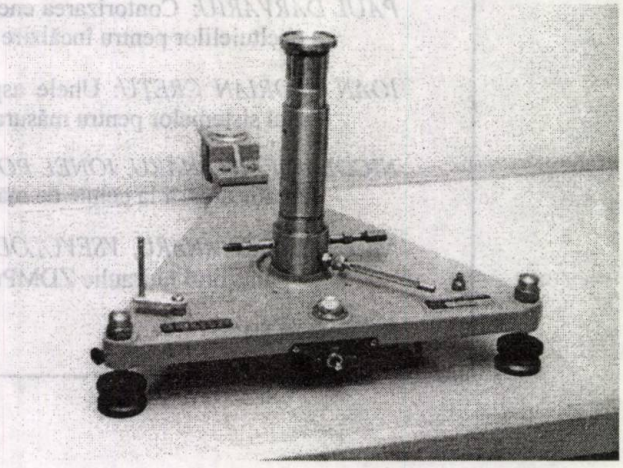


Fig. 1

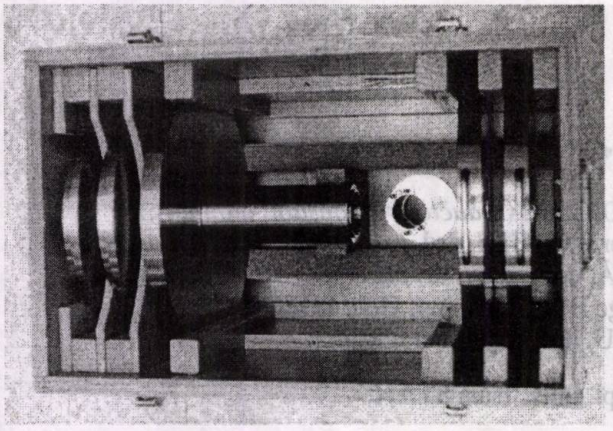


Fig. 2

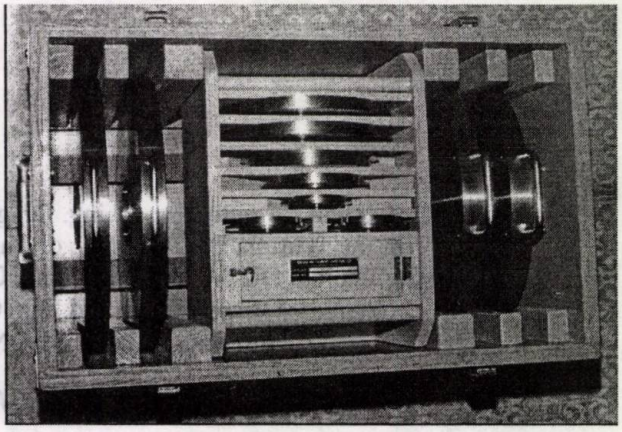


Fig. 3

*) Institutul Național de Metrologie, șos. Vitan Bârzești nr. 11, sector 4, București.

determinarea temperaturii ansamblului piston – cilindru. Termometrul are domeniul de măsurare (18...28)°C şi valoarea diviziunii de 0,2°C.

Trusele de greutăţi conţin un taler (suport pentru greutăţi) şi 21 greutăţi, având masele cuprinse între 17,131 kg şi 8,575 g. Densitatea materialului greutăţilor este $\rho = 8000$ kg/m^3.

Presiunile reproduse de manometrul cu piston şi greutăţi Ruska sunt:

- pistonul: $0{,}41 \times 10^5$ Pa
- pistonul cu talerul: $20{,}41 \times 10^5$ Pa
- greutatea cu masa cea mai mică: $0{,}01 \times 10^5$ Pa
- greutatea cu masa cea mai mare: 20×10^5 Pa

Caracteristicile metrologice ale etalonului naţional sunt următoarele:

- domeniul de măsurare: 41 kPa...17 Mpa
- aria activă nominală: $8{,}4 \times 10^{-5}$ m^2
- temperatura de referinţă: 23°C

Funcţionarea manometrului cu piston şi greutăţi se bazează pe principiul lui Pascal şi anume: un piston de greutate G este susţinut în echilibru de o presiune p aplicată la baza inferioară a pistonului.

În principiu, manometrele cu piston şi greutăţi pot avea unul din următoarele tipuri de ansamblu piston – cilindru:

- piston şi cilindru simplu
- piston şi cilindru cu contrapresiune
- piston şi cilindru cu interstiţiu controlat

Manometrul cu piston şi greutăţi Ruska este echipat cu piston şi cilindru cu contrapresiune (fig. 4).

Ansamblul piston – cilindru, fiind o îmbinare de tip neetanş, printre cilindru şi piston circulă fluidul cu ajutorul căruia se crează presiunea. De-a lungul cilindrului, între partea lui inferioară şi cea superioară, presiunea fluidului dintre piston şi cilindru variază între $p_1 = p$ şi $p_2 = 0$. În acelaşi timp presiunea p acţionează şi asupra peretelui exterior al cilindrului. Analizând deformaţiile elastice ce apar în cilindru se constată că rezultanta acestora tinde să micşoreze distanţa dintre cilindru şi piston. Avantajul acestui tip de ansamblu piston – cilindru rezidă din aceea că, la presiuni mari interstiţiul dintre piston şi cilindru nu se măreşte excesiv, ceea ce ar cauza coborârea pistonului într-o perioadă de timp mai mică, decât la presiuni mici.

Presiunea reprodusă de manometrul cu piston şi greutăţi, la nivelul său de referinţă, este dată de formula:

$$p = \frac{m \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_m}\right) \cdot g + V \cdot \left(\rho_{fa} - \rho_a\right) \cdot g + \gamma \cdot C}{A_0 \left[1 + \alpha \cdot \left(t - t_0\right)\right] \cdot \left(1 + \lambda \cdot p\right)}$$

unde:

- p – presiunea la nivelul de referinţă, în Pa;
- m – masa greutăţilor, inclusiv a pistonului cu taler, în kg;
- A_0 – aria efectivă, la presiunea zero şi temperatura de referinţă, în m^3;
- ρ_a – densitatea aerului, dislocat de greutăţi, în kg/m^3;
- ρ_m – densitatea materialului greutăţilor şi a pistonului, în kg/m^3;
- g – acceleraţia gravitaţională locală, în m/s^2;
- V – volumul de fluid ce contribuie la încărcarea pistonului, în m^3;
- ρ_{fa} – densitatea fluidului de presiune, la presiunea atmosferică, în kg/m^3;
- γ – tensiunea superficială a fluidului de presiune, în N/m;
- C – circumferinţa pistonului, în m;
- α – coeficient de temperatură a ariei active, în °C^{-1};
- λ – coeficient de deformare elastică a ansamblului piston – cilindru, în Pa^{-1};
- t – temperatura ansamblului piston – cilindru, în °C;
- t_0 – temperatura de referinţă, în °C.

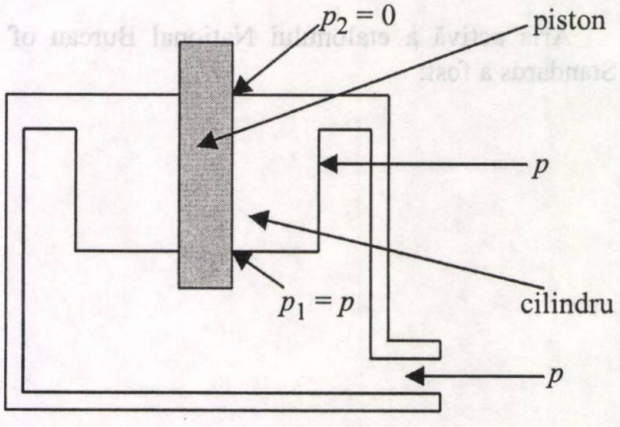


Fig. 4

Principalii parametri ai unui manometru cu piston şi greutăţi sunt:

- aria activă;
- masa greutăţilor;
- viteza de coborâre liberă a pistonului;
- durata de rotire liberă a pistonului;
- pragul de mobilitate (sensibilitate).

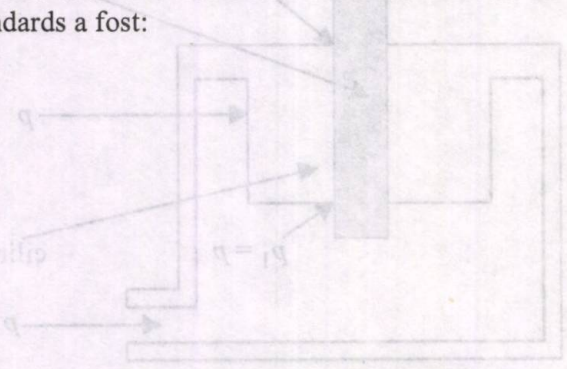
Determinarea cu precizie a acestor parametri, precum şi urmărirea comportării lor în timp, mai ales la etalonul naţional, este sarcina principală a specialiştilor din INM. În acest scop, etalonul naţional a fost comparat de-a lungul anilor cu etaloanele altor ţări, prin intermediul unor etaloane de transfer, ca de exemplu Cehoslovacia (1984) şi Germania (1994). Rezultatele obţinute au confirmat o bună stabilitate în timp a valorii ariei active (cel mai important parametru al unui manometru cu piston şi greutăţi) a etalonului Ruska, a cărei valoare s-a încadrat (faţă de valoarea iniţială dată de fabricant) în limitele incertitudinilor de etalonare. Acest fapt a dus la păstrarea valorii iniţiale a ariei active dată iniţial.

Ariei active a manometrului cu piston şi greutăţi Ruska nu i s-a atribuit iniţial, prin certificatul de etalonare, o incertitudine, dar, pe baza datelor din certificatul de etalonare nr. P7447/75, eliberat de National Bureau of Standards, aceasta a putut fi calculată.

Astfel în certificatul de etalonare nr. P7447/75 se menţionează că manometrul cu piston Ruska a fost comparat cu un etalon al National Bureau of Standards, obţinându-se o abatere standard experimentală sub forma:

$$\frac{3s_R}{A_R} = 4{,}416\,225 \times 10^{-6}$$

Aria activă a etalonului National Bureau of Standards a fost:



$$A_E = 1{,}679\,648 \times 10^{-5}\ \mathrm{m}^2$$

având o abatere standard experimentală exprimată sub forma:

$$\frac{3s_E}{A_E} = 6{,}30 \times 10^{-5}$$

Se obţine astfel:

$$s_R = 1{,}236\,715 \times 10^{-10}\ \mathrm{m}^2$$

$$s_E = 3{,}527\,260 \times 10^{-10}\ \mathrm{m}^2$$

În materialul de însoţire al certificatului de etalonare se recomandă ca incertitudinea compusă să se calculeze utilizând formula:

$u_c = \sqrt{s_R^2 + s_E^2}$ obţinându-se astfel:

$$u_c = 3{,}737\,8 \times 10^{-10}\ \mathrm{m}^2$$

Exprimând această incertitudine sub formă relativă ($k = 2$) se obţine:

$$U_R = \frac{2u_C}{A_R} = 0{,}9 \times 10^{-5}$$

Rezultă, în final, că etalonul naţional de presiune reprezentat de manometrul cu piston şi greutăţi Ruska, tip 2400, seria 21601 – LC 486, este caracterizat de o arie activă:

$$A_R = 8{,}401\,166 \times 10^{-5}\ \mathrm{m}^2$$

şi o incertitudine relativă asociată ($k = 2$):

$$U_R = 0{,}9 \times 10^{-5}$$

BIBLIOGRAFIE

[1] *J.L. Cross*, Reduction of Data for Piston Gage Pressure Measurements, Washington, august 1964

[2] Documentaţia etalonului naţional al unităţii de măsură "Pascal" (Pa) a presiunii, 1984

[3] Guide to the expression of uncertainty in measurement, ISO, 1993

[4] Vocabular internaţional de termeni fundamentali şi generali în metrologie, SR 13251, 1996

CONTORIZAREA ENERGIEI TERMICE ŞI REPARTIZAREA INDIVIDUALĂ A CHELTUIELILOR PENTRU ÎNCĂLZIRE LA BLOCURILE DE LOCUINŢE (I)

|| *Paul DÂRVARIU**)

Abstract: *Using statistical and experimental data, several technical and economical arguments are put forward in support of a national campaign for the use of heat meters and for introducing systems for the distribution of heating costs among the individual users. The distinctive features of thermal energy distribution in Romania are presented and several alternative solutions adapted to these conditions are put forward. The metrological implications of measuring thermal energy using heat meters and of distributing the heating costs individually among the users are discussed, including the limitations for the involvement of the legal metrology institution.*

Résumé: *En utilisant des données statistiques et expérimentales, on présente quelques arguments techniques et économiques pour mettre en mouvement une campagne nationale pour mesurer l'énergie thermique à l'aide des compteurs et pour introduir des sytèmes de repartition individuele des coûts de chauffage. On présente les particularités de la distribution de l'énergie thermique en Roumanie et on propose quelques solutions alternatives, adaptées à cettes conditions spécifiques. On discute les implications métrologiques du mesurage de l'énergie thermique à l'aide des compteurs et de la repartitions des coûts de chauffage, y compris les limites d'action de l'institution de métrologie légale.*

1 Introducere

Măsurarea energiei termice şi a apei calde menajere consumate în blocurile de locuinţe este una dintre cele mai incitante provocări adresate specialiştilor. Rezolvarea în România a acestei probleme presupune surmontarea unor dificultăţi nemaiîntâlnite în alte ţări: vechimea şi starea precară a instalaţiilor de distribuţie, inadecvarea acestora la problematica măsurărilor, configuratia "atipică" a caracteristicilor tehnice ale agentului termic, lipsa fondurilor, obstacolele administrative, absenţa unei mentalităţi favorabile reducerii pierderilor şi a consumurilor etc.

În contradicţie cu unele afirmaţii oficiale, vom demonstra că în România problema **subproducţiei** de energie termică este o falsă problemă, adevăratele probleme fiind **risipa** şi **supraconsumul**. Singurele mijloace de combatere a acestor vicii de comportament sunt contorizarea şi repartizarea individuală a cheltuielilor comune, dublate de educaţia sistematică a populaţiei în cultul economiei şi echităţii. De loc întâmplător, un posibil şi necesar program de anvergură în domeniul contorizării şi repartizării energiei termice ar putea fi numit "**Programul CORECT**" (**CO**ntorizarea şi **RE**partizarea **C**heltuielilor de **T**ermoficare).

2 Necesitatea contorizării şi repartizării individuale

În România, o bună parte din populaţie (mai mult de o treime) locuieşte în blocuri. Există peste 1 700 000 de apartamente, cea mai mare parte dintre ele fiind încălzite prin sisteme de termoficare (fig. 1).

Se ştie că în totalul cheltuielilor de întreţinere în blocurile de locuinţe, cele pentru apă şi căldură au o pondere însemnată (fig. 2). În valoare absolută, aceste cheltuieli însumează, la nivelul întregii ţări, peste 15 000 miliarde lei pe an. Rezultă foarte clar, că o reducere de câteva procente a acestor cheltuieli înseamnă foarte mult. De fapt, potenţialul economic al contorizării şi repartizării este mult mai mare, deoarece în România consumurile

*) Director la Direcţia de Reglementări Naţionale din cadrul Biroului Român de Metrologie Legală.

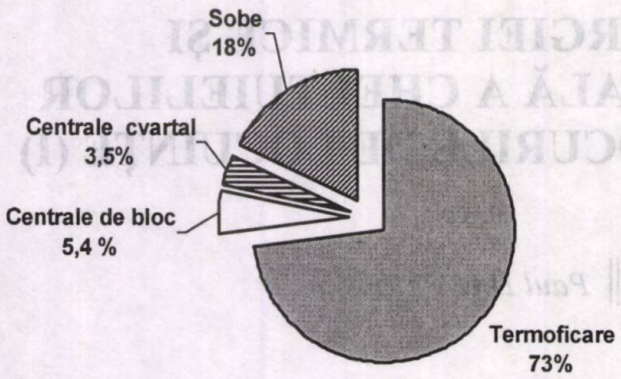


Fig. 1. Sistemele de încălzire din Bucureşti

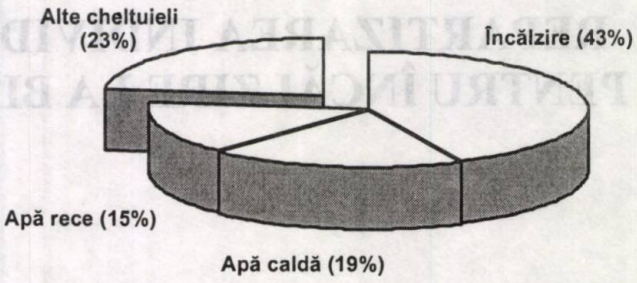


Fig. 2. Ponderea cheltuielilor pentru apă şi căldură în totalul cheltuielilor de întreţinere

de apă şi energie termică sunt exagerat de mari şi, în orice caz, disproporţionate în raport cu veniturile populaţiei. S-a calculat că, în ţara noastră, consumul de apă caldă menajeră este de până la cinci ori mai mare decât cel din Germania (fig. 3), în timp ce veniturile populaţiei sunt mult mai mici. Se ştie că ponderea costurilor întreţinerii în bugetul unei familii româneşti este de peste zece ori mai mare decât într-o familie germană similară. Rezultă logic că un program **CORECT** este cu atât mai necesar în România!

Statisticile privind consumurile de energie în ţările cu experienţă în domeniu (Germania, Elveţia, Danemarca etc.) demonstrează că introducerea contorizării şi repartizării individuale, însoţită de schimbarea comportamentului locatarilor, conduce la economii de energie uriaşe (fig. 4). Întrucât, sectorul casnic se află în fruntea consumurilor finale de energie din România (pondere peste 40%), potenţialul economic al contorizării şi repartizării este imens. Admiţând că s-ar putea economisi în medie 35% şi că toate blocurile de locuinţe ar beneficia de contorizare şi repartizare, rezultă un potenţial anual de economii de 15 milioane MWh, echivalent cu 1 225 000 tone de păcură, adică o garnitură de tren cu vagoane cisternă lungă de 268 km (Bucureşti–Mangalia)!

Aceste cifre incredibile, devin mai veridice dacă ne raportăm la experienţa unor ţări cu rezultate deosebite în domeniul contorizării şi repartizării cheltuielilor de încălzire. Din exemplul prezentat în fig. 5, rezultă clar că, în urma măsurilor de contorizare şi repartizare, consumul mediu s-a diminuat substanţial (cu 37,8 %), deşi în apartamente de aceeaşi mărime, consumul este foarte diferenţiat, din cauza comportamentului diferit al

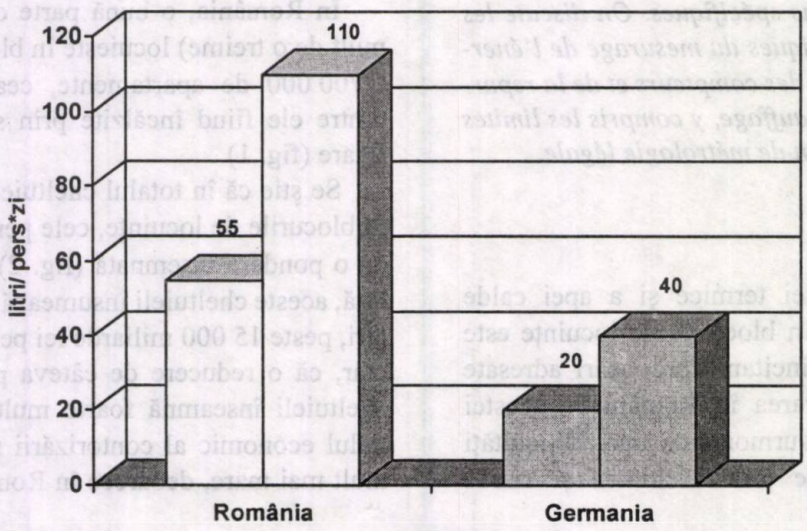


Fig. 3. Comparaţie între consumurile minime şi maxime de apă caldă din România şi Germania

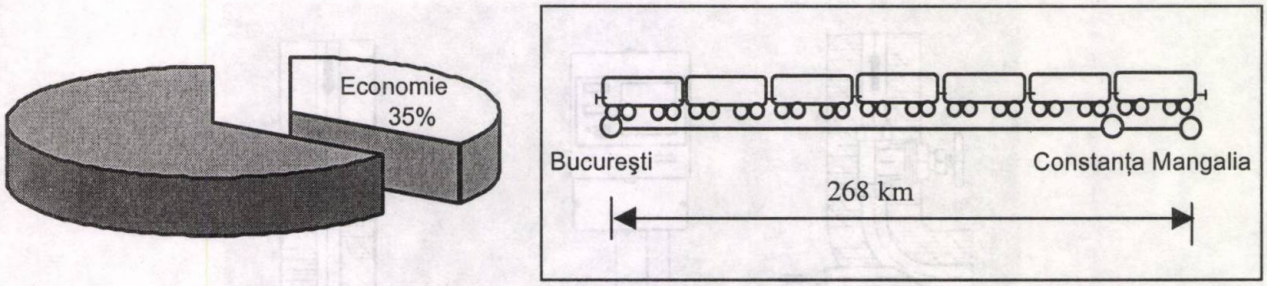
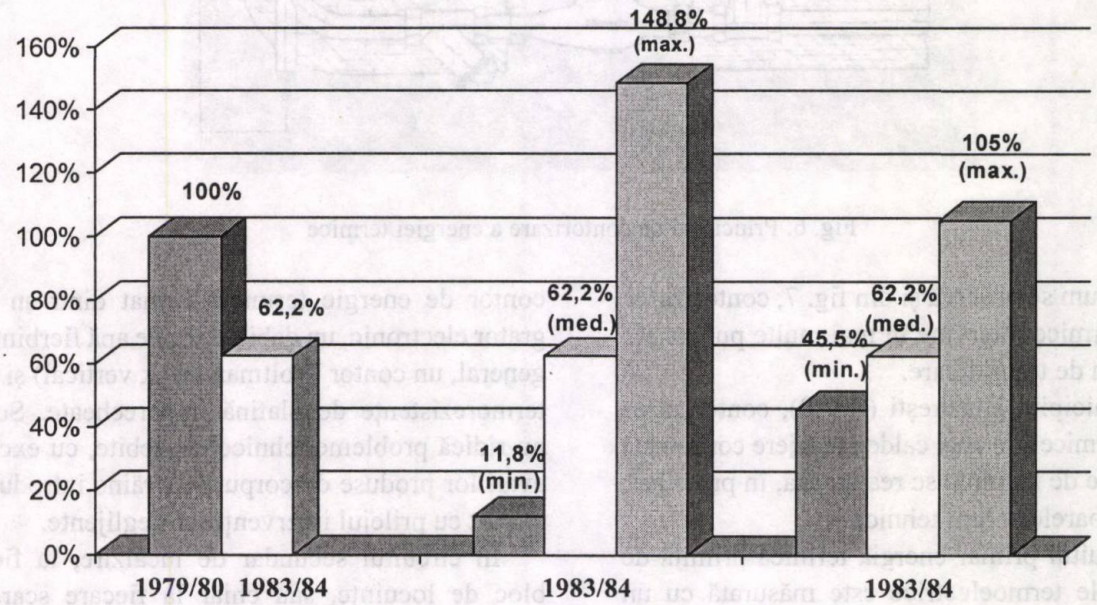


Fig. 4. Efectul combinat al contorizării şi repartizării individuale: se poate economisi în fiecare an păcura dintr-un tren lung de 268 km (15 milioane MWh)



a) Reducerea consumurilor b) Diferenţe între consumurile reale c) Diferenţe între plăţi

Fig. 5. Studiu de caz pe un bloc de locuinţe din Elveţia

locatarilor, dar şi din cauza amplasării diferite a apartamentelor (graficul b). Graficul c) demonstrează clar că sistemul de repartizare compensează echitabil aceste diferenţe în baza următorului principiu statuat în Confederaţia Elveţiană:

Cheltuieli egale pentru un m² încălzit la un comportament energetic egal

3 Contorizarea energiei termice şi apei calde menajere

Contorul de energie termică a devenit un mijloc de măsurare clasic (fig. 6). El constă dintr-un debitmetru (în principiu, un contor de apă caldă cu generator de impulsuri), o pereche de senzori de temperatură, care măsoară diferenţa de temperatură dintre intrarea şi ieşirea agentului termic şi un calculator-integrator, care rezolvă ecuaţia de calcul a energiei termice:

$$Q = V^*\rho^*c^*\Delta\vartheta,$$

în care:

Q – energia termică;

V – volumul de agent termic recirculat;

ρ – diferenţa de temperatură dintre tur şi retur;

c – capacitatea termică specifică;

$\Delta\vartheta$ – densitatea agentului termic.

Energia termică necesară pentru încălzirea apei calde menajere se poate măsura, la consumator prin aceleaşi mijloace, cu precizarea că V este volumul de apă consumat, temperatura turului este temperatura apei calde, iar temperatura returului este temperatura apei reci, măsurată la consumator.

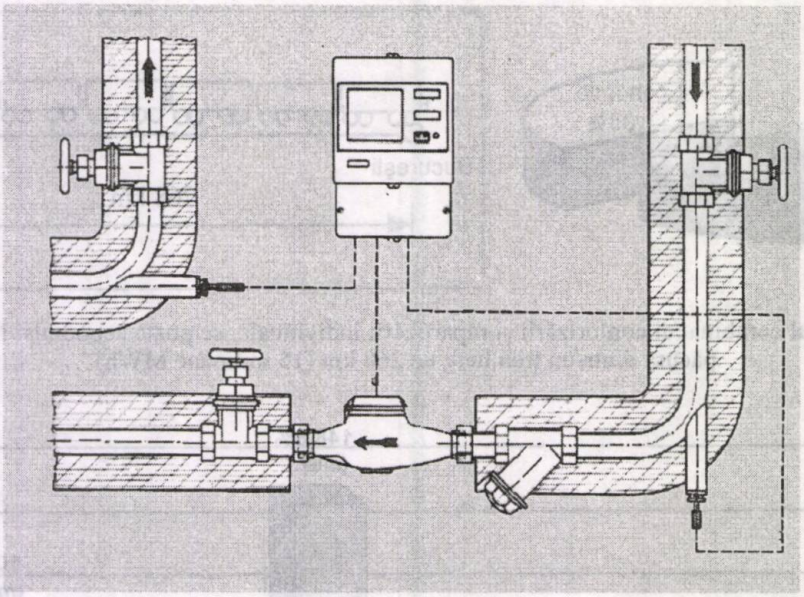


Fig. 6. Principiul de contorizare a energiei termice

După cum se observă şi din fig. 7, contorizarea energiei termice intervine în mai multe puncte ale unui sistem de termoficare.

În municipiul Bucureşti (fig. 8), contorizarea energiei termice şi a apei calde menajere consumate de blocurile de locuinţe se realizează, în principal, prin următoarele soluţii tehnice:

În circuitul primar energia termică primită de la centralele termoelectrice este măsurată cu un contor de energie termică format dintr-un integrator electronic, un debitmetru de apă fierbinte (în general, un contor Woltman cu ax vertical) şi două termorezistenţe de platină împerecheate. Soluţia nu ridică probleme tehnice deosebite, cu excepţia avariilor produse de corpurile străine introduse în circuit cu prilejul intervenţiilor neglijente.

În circuitul secundar de încălzire, la fiecare bloc de locuinţe, sau chiar la fiecare scară, se

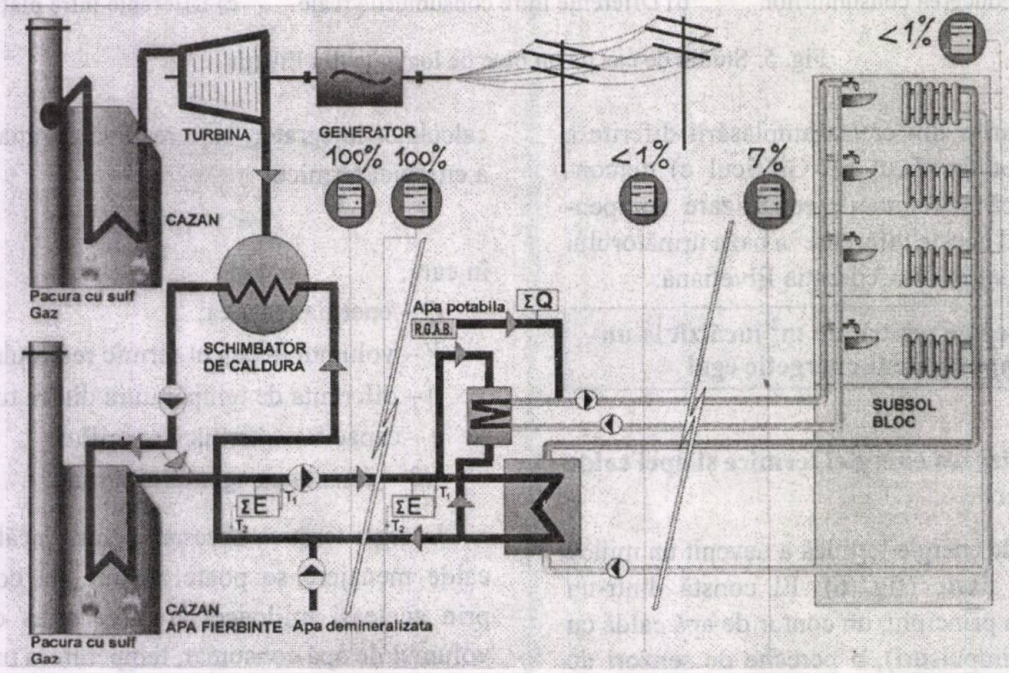


Fig. 7. Punctele în care intervine contorizarea energiei termice

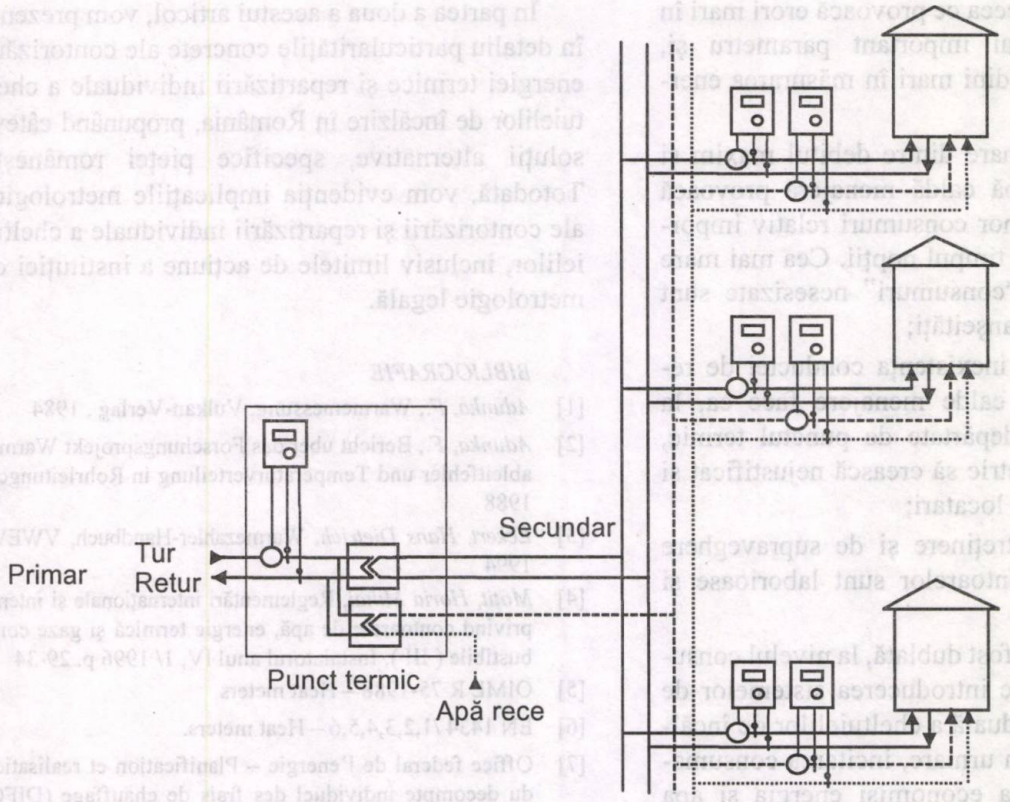


Fig. 8. Soluția de contorizare a energiei termice și a apei calde menajere în municipiul București

instalează câte un contor de energie termică format dintr-un integrator electronic, un debitmetru de apă caldă (în general, un contor Woltman cu ax orizontal, instalat pe conducta de tur) și o pereche de termorezistențe de platină, care preiau temperaturile agentului termic din conductele de tur și, respectiv, de retur.

La măsurarea energiei termice înmagazinate în apa caldă menajeră, schema este similară, cu precizarea că, pentru măsurarea volumului de apă caldă, se utilizează, în cele mai multe cazuri, un contor multijet (sau, la consumatori mai mari, un contor Woltman cu ax vertical), temperatura "sursei reci" fiind simulată prin preluarea temperaturii din conducta de apă rece, existentă în subsolul blocului.

Deși soluția de contorizare la blocuri este principial corectă, punerea ei în aplicare ridică probleme deosebite, cele mai multe având ca efect direct neînchiderea bilanțurilor energetice și volumetrice:

a) starea precară a instalațiilor de distribuție și de utilizare, precum și calitatea slabă a agentului termic pun în permanent pericol integritatea contoarelor. Încărcarea "pe retur" a instalațiilor, precum și neglijențele în remedierea avariilor, provoacă aglomerarea corpurilor străine în contoare și, în final, blocarea acestora. Înseși filtrele de impurități devin surse de erori și cauze de înrăutățire a încălzirii, în cazul colmatării lor necontrolate;

b) în general, blocurile de locuințe nu sunt pregătite "să primească" sisteme de contorizare. De pildă, la blocurile "de trecere" (adică cele la care fiecare coloană de încălzire se racordează direct la conductele principale de alimentare, ce trec prin subsolul blocului respectiv, către blocurile vecine) centralizarea branșamentelor necesită lucrări de instalații laborioase și costisitoare;

c) condițiile din subsoluri (umiditate și temperaturi ridicate, inundații, rozătoare, insecte etc.) nu sunt favorabile bunei funcționări a aparaturii de precizie;

d) livrarea agentului termic de încălzire la temperaturi relativ reduse coboară diferența de temperatură tur-retur la niveluri deosebit de

mici (5...10 °C), ceea ce provoacă erori mari în măsurarea acestui important parametru şi, implicit, incertitudini mari în măsurarea energiei termice;

e) raportul relativ mare dintre debitul maxim şi cel minim de apă caldă menajeră provoacă neînregistrarea unor consumuri relativ importante, mai ales în timpul nopţii. Cea mai mare parte a acestor "consumuri" nesesizate sunt pierderi prin neetanşeităţi;

f) dezafectarea sau inexistenţa conductei de recirculare a apei calde menajere face ca, la blocurile mai îndepărtate de punctul termic, consumul volumetric să crească nejustificat şi inechitabil pentru locatari;

g) activităţile de întreţinere şi de supraveghere metrologică a contoarelor sunt laborioase şi costisitoare;

h) contorizarea nu a fost dublată, la nivelul consumatorului final de introducerea sistemelor de repartizare individuală a cheltuielilor de încălzire. A lipsit, prin urmare, incitarea consumatorului final de a economisi energia şi apa caldă, deoarece nu a existat o legătură directă între consumul individual şi sumele de plată.

Toate cele arătate mai sus, precum şi altele asemenea, conduc la concluzia că, în multe situaţii, costurile relativ ridicate ale contorizării energiei termice la blocurile de locuinţe nu sunt contrabalansate de efecte tehnico-economice şi sociale pe măsură.

În partea a doua a acestui articol, vom prezenta în detaliu particularităţile concrete ale contorizării energiei termice şi repartizării individuale a cheltuielilor de încălzire în România, propunând câteva soluţii alternative, specifice pieţei româneşti. Totodată, vom evidenţia implicaţiile metrologice ale contorizării şi repartizării individuale a cheltuielilor, inclusiv limitele de acţiune a instituţiei de metrologie legală.

BIBLIOGRAFIE

[1] *Adunka, F.*, Warmemessung, Vulkan-Verlag , 1984

[2] *Adunka, F.*, Bericht uber das Forschungsprojekt Warmeableitfehler und Temperaturverteilung in Rohrleitungen, 1988

[3] *Eckert, Hans Dietrich*, Warmezahler-Handbuch, VWEW, 1994

[4] *Moţit, Horia Mihai*, Reglementări internaţionale şi interne privind contoarele de apă, energie termică şi gaze combustibile (III), Instalatorul anul IV, 1/ 1996 p. 29-34

[5] OIML R 75-1988 – Heat meters

[6] EN 1434 /1,2,3,4,5,6 – Heat meters.

[7] Office federal de l'energie – Planification et realisation du decompte individuel des frais de chauffage (DIFC) avec etude exemplaire – Ed. Office federal de l'energie, Berne, Octobre, 1992

[8] Office federal de l'energie – Groupe de travail locataires-bailleurs – Modele de decompte individuel des frais de chauffage et d'eau chaude DIFC – Ed. Office federal de l'energie, Berne, Fevrier 1993

[9] *P. Dârvariu*, Instalaţie de măsurare a energiei termice – Brevet de invenţie 112216 B1.

[10] *P. Dârvariu*, Contor de energie termică – Brevet de invenţie 114831 B.

UNELE ASPECTE PRACTICE PRIVIND TRASABILITATEA ÎN CAZUL SISTEMELOR PENTRU MĂSURAREA CANTITĂȚILOR MARI DE FLUIDE

Ioan Florian CREȚU[*)]

Abstract: *Providing traceability in the case of measuring systems for large quantities of fluids raises a series of problems that require the use of some less familiar methods for information acquisition and processing in order to solve them. Some basic aspects regarding the way the current regulations depict the uncertainty of large systems are analyzed and a specific approach for uncertainty evaluation based on practical considerations regarding large systems is presented. Some examples of possible solutions for the evaluation of the uncertainty and for diagnosing the situations of unsatisfactory operation are also presented.*

Résumé: *L'assurance de la traceabilité des systèmes pour le mesurage des grandes quantités de fluides a pour effet une serie de problèmes pour la solution desquelles on doit utiliser des méthodes insolites pour acquerir et traiter l'information. On analyse quelques aspects de principe rélatif à ce que les normes actueles spécifient sur l'incertitude des grandes systèmes et on présente un traitment spécifique de l'incertitude basé sur les aspects practique des grandes systèmes. On présente aussi quelques exemples de solutions possibles pour l'evaluation de l'incertitude et pour établir un diagnostic dans les situations quand le fonctionnement n'est pas satisfaisant.*

Asigurarea trasabilității sistemelor pentru măsurarea cantităților mari de fluide generează în practică o serie de probleme a căror rezolvare necesită obținerea și prelucrarea unor informații folosind metode mai puțin obișnuite în activitatea metrologică.

Lucrarea analizează unele aspecte de natură principială privind modul în care documentele normative actuale se referă la problemele incertitudinii specifice sistemelor mari și încearcă o tratare mai nuanțată a noțiunii de referință privind trasabilitatea, așa cum rezultă din activitatea practică.

În final se prezintă câteva exemple în care se descriu soluții pentru unele probleme de estimare a incertitudinii și diagnosticarea unor stări de funcționare nesatisfăcătoare.

Sistemele actuale pentru măsurarea cantităților de fluide folosind microsisteme de calcul, atât încorporate în componente cât și cu funcții autonome permit, pe lângă funcția principală, cea de măsurare, atât prelucrarea cât și transferarea unui impresionant volum de date cu tehnici ușor accesibile utilizatorului cu un nivel mediu de instrucție în prelucrarea informației. Devine astfel posibil să se controleze sisteme cu multe componente, amplasate pe spații de sute sau chiar mii de kilometri cu beneficii importante, atât tehnologice cât și materiale.

Aceste facilități importante pentru utilizator pot rămâne într-un plan secund dacă nu deservesc funcția principală care constă în măsurarea trasabilă a unei cantități de fluid, cu un anumit nivel al incertitudinii.

Există mai multe documente normative care abordează aceste probleme, [1...6], dar într-o manieră uneori generală, alteori orientată preponderent către componente.

În cele ce urmează vom încerca să prezentăm unele probleme specifice sistemelor mari (care măsoară cantități mari de fluid) privind trasabilitatea și incertitudinea.

TRASABILITATEA

Trasabilitatea este o proprietate a rezultatului... unei măsurări de a putea fi raportat la "referințe stabilite" ... prin intermediul unui lanț neîntrerupt

*) Institutul Național de Metrologie, șos. Vitan Bârzești nr. 11, sector 4, București.

de comparări având, toate, incertitudini determinate. (VIM – 1993).

Încercarea de aplicare a acestei definiţii la sistemele pentru măsurarea cantităţilor mari de fluide întâlneşte câteva aspecte de interes practic:

a) dificultatea, uneori chiar imposibilitatea organizării unor experienţe pentru calibrarea faţă de etaloane de debit sau de volum (masă) a traductoarelor primare cum este cazul traductoarelor de debit cu diafragmă din sistemele pentru măsurarea cantităţilor mari de gaze;

b) când mărimea finală interesantă pentru utilizator este volumul de fluid în condiţii de referinţă, acesta rezultă ca un produs al întregului sistem, prin aplicarea corecţiilor asupra mărimii de ieşire a traductorului primar, în timp ce, adesea, nu este posibil să se verifice sistemul în ansamblu;

c) când mărimea finală este masa de fluid, corectarea nu mai este necesară, dar incertitudinea cu care se cunoaşte densitatea fluidului poate căpăta o pondere importantă în economia generală a incertitudinii sistemului, ceea ce crează o serie de alte probleme privind supravegherea metrologică a densimetrelor sau analizoarelor de compoziţie a gazelor.

Problemele semnalate mai sus au orientat structurarea sistemelor astfel încât "referinţele stabilite" să fie accesibile, chiar dacă nu sunt din aceeaşi categorie de mărimi (fizice) ca măsurandul.

Un sistem cu diafragmă pentru măsurarea cantităţilor de gaz natural este trasabil la:

– ISO 5167 pentru conversia debitului în diferenţă de presiune efectuată de traductorul primar

– AGA 8 pentru conversia debitului (volumului) de gaz din condiţii de lucru în condiţii de referinţă,

ceea ce aduce măsurării un pronunţat caracter convenţional şi utilizatorului necesitatea unei estimări riguroase, deşi indirecte, a incertitudinii.

În cazul rezolvării corecte a problemelor de mediu înconjurător pentru elementele secundare şi terţiare (fig. 1), ca şi a alegerii optime a intervalului de excursie a punctului de funcţionare un sistem ca cel de mai sus poate oferi o incertitudine de 0.7 ... 1 %. Uneori se resimte nevoia unor valori cu mult mai mici ale acestui parametru.

Evident, soluţia radicală constă în folosirea unui sistem cu un traductor primar mai performant şi "mai trasabil", dar această soluţie pune alte probleme materiale sau de supraveghere, ceea ce face ca acest traductor să fie greu accesibil pentru mulţi utilizatori.

O a doua soluţie constă în exploatarea "post factum" a datelor înregistrate în timpul funcţionării în vederea fundamentării politicii de mentenanţă în sensul realizării unei coerenţe mai mari a

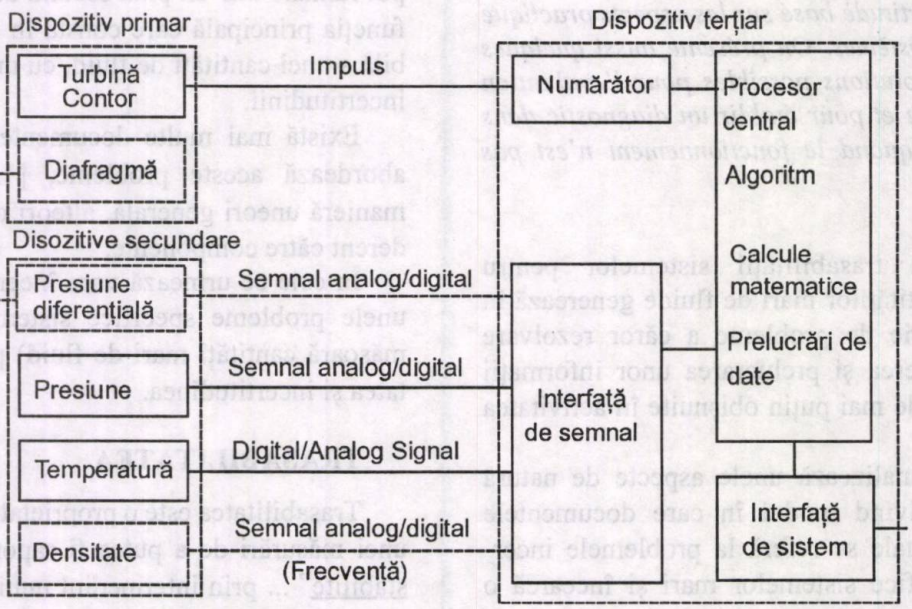


Fig. 1. Schema tipică a unui sistem pentru măsurarea cantităţii de fluid

sistemelor dintr-o anumită arie tehnologică, [8, 9]. Deşi această soluţie nu este simplă şi presupune acţiuni sistematice la nivelul procedurilor de lucru, este mai agreată de utilizatori, pentru că foloseşte date, care şi aşa se acumulează pentru nevoile managementului. În partea finală a lucrării vom comenta un exemplu care prezintă o astfel de soluţie.

Un sistem pentru măsurarea volumului de produs petrolier cu contor de volum (PD meter) este trasabil la:

– etalonul de volum, prin calibrări care, de regulă, se efectuează "on situ" cu prover sau contor master;

– API - MPMS capitolul 11.1 pentru corecţia volumului din starea de lucru în starea de referinţă.

Remarcăm că cele două referinţe pentru trasabilitate sunt de natură fizică diferită, în timp ce etaloanele de volum sunt entităţi fizice, referinţa pentru corecţii constă în metode de calcul sau, eventual, tabele.

Corespunzător acestei separări a referinţelor au fost elaborate şi metodele de calibrare sau verificare. În cazul contorului de volum metoda de calibrare are drept scop stabilirea factorului de corecţie al contorului (MF) prin compararea directă a indicaţiilor sale cu cele ale etalonului, cele două aparate fiind parcurse de aceeaşi cantitate de fluid.

Corecţia volumului se realizează în fapt cu un subsistem care înglobează elemente secundare şi terţiare. Există documente normative [7], care tratează întreaga problematică legată de corectarea volumului de petrol.

Pentru sistemul în ansamblu există prevederi cu multe nuanţe, [1]. Remarcăm faptul că pentru cazul măsurărilor în ţeavă se recomandă sisteme cu incertitudine de 0,3 %, care trebuie să folosească traductoare de volum cu eroare limită de 0,2 %.

Odată acceptate aceste ţinte, rămâne să se analizeze din punct de vedere practic care sunt condiţiile ce trebuiesc impuse componentelor de sistem şi sistemului în ansamblu pentru realizarea performanţei şi cât de fiabilă este această performanţă la variaţia unor parametri tehnologici, parametri de sistem sau mărimi de influenţă.

Considerăm că în acest context este util să remarcăm că cca 2/3 din incertitudinea sistemului este alocată contorului, iar pentru majoritatea contoarelor comerciale există dependenţe ale volumului măsurat de debit, temperatură sau vâscozitate, care nu se pot neglija.

Dintre aceste dependenţe cea de debit este de regulă rezolvată de calculatorul de debit [10] prin procedeul de "liniarizare" cu care se corectează volumul indicat.

Mai delicată este problema dependenţei de temperatură şi vâscozitate în cazul volumelor mari, rezolvarea acesteia necesitând şi cunoaşterea exactă a naturii fluidului de lucru.

Practic, aceste probleme se pot rezolva în mai multe etape, prin calibrări repetate în condiţii diferite asociate cu o analiză sistematică a rezultatelor sistemului asociate cu date de laborator (densităţi, vâscozităţi).

INCERTITUDINEA

Din cele de mai sus rezultă că, atunci când, practic, nu este posibil să se organizeze experienţe pentru caracterizarea unui sistem în ansamblul său, incertitudinea sistemului rămâne singurul indicator al trasabilităţii şi calităţii măsurărilor efectuate cu sistemul respectiv.

În condiţiile în care, atât preţul unui sistem de măsurare, cât şi calitatea funcţiei sale principale sunt exprimate de incertitudine, estimarea acestui parametru capătă o semnificaţie deosebită, care impune atât recunoaşterea metodei de estimare, cât şi asocierea rezultatului cu un nivel de confidenţă.

Toate reglementările emise de instituţii naţionale sau internaţionale de prestigiu se ocupă de problema estimării incertitudinii, dar pentru corelarea şi aplicarea judicioasă a recomandărilor este necesar în primul rând un efort de clasificare şi interpretare. Aceste reglementări se pot referi la incertitudinea:

- întregului sistem;
- unui subsistem component (ex: subsistemul de corecţie a volumului);
- unui aparat component al sistemului (ex: contor de volum).

Recomandarea de estimare poate avea o anumită formă:

- o expresie pentru calculul incertitudinii;
- un interval de valori abordabil în anumite condiţii;
- o valoare punctuală;

sau o anumită destinaţie:

- limite ce nu trebuie depăşite în anumite situaţii;

Tabelul 1

Caracteristică	Criteriu	OIML R 117	ISO 5167	CEN TC 237	API cap.21 / 1	API cap 21 / 2
scop	sistem	x	x			
	subsistem	x		x	x	x
	component	x				
formă	expresie		x	x	x	x
	interval	x				
	punctual	x	x	x	x	x
destinaţie	limită	x	x	x	x	x
	referinţă		x			
mod de compunere	pătratic		x		x	x
	modul, algebric			x		
	mixt	x				

– valori sau intervale de referinţă.

Modul de calcul al incertitudinii compuse poate fi:

– prin compunere pătratică;
– prin adunare algebrică a modulelor componente;
– mixt (o combinaţie între primele două).

În tabelul 1 se prezintă, spre exemplu, modul cum pot fi sintetizate prevederile referitoare la incertitudine a cinci dintre cele mai importante recomandări internaţionale în domeniu.

Cele cinci documente alcătuiesc un sistem de criterii deosebit de valoros pentru rezolvarea unor probleme practice, cum ar fi: aprobări de model, comparări de sisteme de măsurare sau determinarea influenţei unui component al sistemului asupra incertitudinii întregului sistem.

Considerăm util să stăruim asupra modului de compunere a incertitudinilor parţiale în vederea determinării incertitudinii întregului sistem, adică a incertitudinii cu care se măsoară cantitatea de fluid, valoare care ar trebui asociată cu un nivel de confidenţă.

Documentele recomandă compunerea pătratică specifică în cazul componentelor necorelate, cu distribuţie normală sau compunerea prin adunarea modulelor specifică în situaţiile în care componenta aleatorie este nesemnificativă. Aceste modalităţi de compunere, rezultând din practica unor laboratoare de prestigiu, se bazează pe analiza riguroasă a fenomenelor fizice şi urmăresc obţinerea unei valori a incertitudinii sistemului cu efort de calcul mic, ceea ce în condiţiile actuale nu mai constituie un argument.

Menţionăm totuşi că nivelul de confidenţă (de regulă, 95 %) este subînţeles şi specific distribuţiilor normale ale componentelor, condiţie care nu este asigurată întotdeauna.

O ipoteză mai realistă este să se presupună că, în cazul în care componenta de sistem este un aparat (traductor), valoarea măsurandului se poate găsi cu egală probabilitate în intervalul marcat de eroarea sa maximă permisă (MPE), în jurul valorii convenţional adevărate. Astfel, un aparat se poate modela cu un generator de numere aleatoare uniform distribuite.

Algoritmul sistemului se poate scrie într-un program care se execută într-un timp scurt. Fiecare execuţie a programului prelucrează date de intrare generate aleator conform distribuţiei specifice fiecărei mărimi în parte (uniformă, conform celor de mai sus, dar se pot folosi şi alte tipuri de distribuţii). Programul se rulează de un număr suficient de mare de ori pentru a asigura stabilitatea distribuţiei rezultatului (volumul corectat). Din analiza şirului de valori obţinute se poate reţine un număr de realizări (de ex. 95 %) ca delimitând incertitudinea sistemului în punctul de funcţionare format din valorile convenţional adevărate corespunzătoare traductoarelor (pentru un

sistem cu diafragmă se folosesc trei traductoare: Δp, p, t).

Această tehnică de estimare, bazată pe metoda Monte Carlo, permite obținerea unui rezultat în timp extrem de scurt, de ordinul secundelor, pe calculatoarele actuale.

Un important avantaj al aplicării sale este că, în cazul asocierii rezultatului cu reprezentări grafice, se obține o imagine intuitivă a modului de echilibrare a sistemului într-un anume punct de funcționare.

Rezultatele (incertitudinile sistemelor) obținute cu această metodă au fost comparate cu cele obținute prin compunere pătratică. Diferențele maxime nu depășesc 12 % (1,12 % cu nivel de încredere 95 %, obținut cu metoda Monte Carlo, față de 1 %, obținut cu metoda compunerii pătratice).

EXEMPLE

1 Incertitudinea instrumentală a unui sistem pentru măsurarea debitului (volumului) de gaz natural cu diafragmă

În fig. 2 este prezentată schema de principiu a unei stații pentru măsurarea debitului (volumului) de gaz natural cu un senzor primar cu diafragmă, cu prize la flanșa la care sunt conectate două ansambluri instrumentale (primar și test). Calculul volumului de gaz se face conform normelor ISO 5167 și AGA 8 GROSS 2, [2, 6]. În tabelul 2 sunt înscrise principalele caracteristici ale elementelor secundare (traductoarelor) și terțiare (calculatorul de debit) ale sistemului primar.

Pentru efectuarea calculelor au fost separate incertitudinile senzorului primar și cele asociate acestuia de incertitudinea ansamblului instrumentelor secundare și terțiare. Calculele s-au efectuat pentru un gaz cunoscut (Amarillo, [6]).

Prin aplicarea modelului statistic de analiză a incertitudinii ansamblului elementelor secundare și terțiare, prezentat mai sus, se obține setul de date a cărui histogramă se poate vedea în fig. 3, din care se observă următoarele:

a) forma aplatizată a histogramei debitului se datorează, în principal, caracterului dominant al uneia din incertitudinile parțiale (diferența de presiune);

b) incertitudinea calculată prin modelare statistică (0,39 % la un nivel de încredere de 95 %) este mai mare cu 10 % față de incertitudinea calculată prin compunere pătratică (0,34 %).

Dacă distribuția uniformă a mărimilor de intrare pe intervalele erorilor limită este o ipoteză verosimilă, atunci distribuția mărimii de ieșire (debitul de gaz) în condiții de referință este o consecință directă, iar valoarea calculată a incertitudinii, asociată cu nivel de încredere, este cea mai realistă măsură a nivelului de exactitate a ansamblului.

Acest gen de estimare poate fi ușor de realizat pentru orice punct de funcționare și poate conduce la o dimensionare optimă a caracteristicilor elementelor secundare și terțiare ale sistemului.

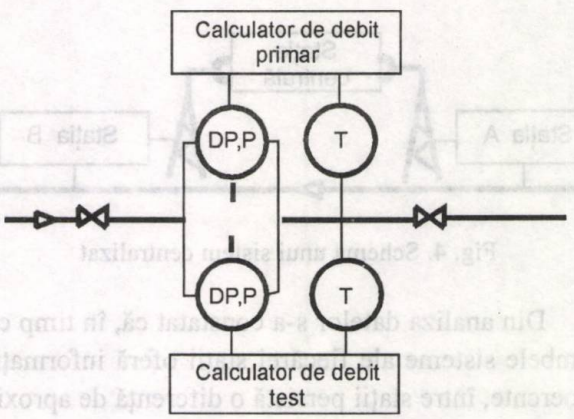


Fig. 2. Schema unei stații pentru măsurarea cantității de gaz natural

Tabelul 2

Elementul de sistem	Interval	Exactitate		Punct de funcționare
		clasă	tip	
Traductor de diferență de presiune	0 ... 37 kPa	0.1	% FSD	6 kPa
Traductor de presiune	0 ... 35 bar	0.1	% FSD	25 bar
Traductor de temperatură	–20 ... 80 °C	0.25	°C	20 °C
Calculator de debit	configurabil	0.1	%	

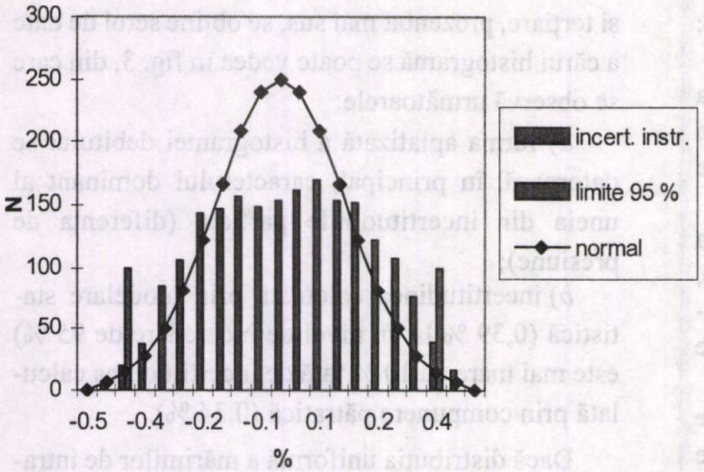


Fig. 3. Histograma unui test asupra ansamblului instrumentelor secundare şi terţiare

2 Teste în cadrul unui sistem central

Un sistem central este alcătuit din două staţii de măsurare, situate pe o conductă de transport a gazelor naturale fără ramificaţii (fig. 4). În funcţionarea normală, cele două staţii trebuie să indice, pe perioade lungi de timp, acelaşi volum de gaz. Pe intervale mici de timp, pot apare diferenţe datorită perturbaţiilor de scurtă durată.

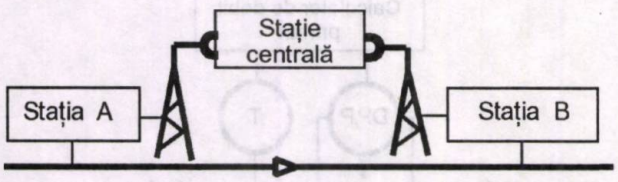


Fig. 4. Schema unui sistem centralizat

Din analiza datelor s-a constatat că, în timp ce ambele sisteme ale fiecărei staţii oferă informaţii coerente, între staţii persistă o diferenţă de aproximativ 0,1 %.

La un al doilea nivel al analizei s-a constatat existenţa unei diferenţe a densităţilor măsurate de laboratoarele celor două staţii (fig. 5).

În sfârşit, la al treilea nivel al analizei, efectuat prin auditarea activităţii din laboratoare, s-a constatat că persistă la una din staţii o eroare de calibrare a cromatografului.

Testele de acest gen se elaborează funcţie de configuraţia sistemului şi, de cele mai multe ori, se lansează automat, utilizatorii fiind informaţi numai asupra rezultatelor şi, uneori, asupra eventualelor măsuri de corecţie.

3 Raportul dinamic

Prin raport dinamic se înţelege raportul dintre debitul maxim şi debitul minim în condiţiile în care incertitudinea sistemului este inferioară unei valori limită:

$$r = \frac{Q_{max}}{Q_{min}}$$

În cazul sistemelor pentru măsurarea volumului de gaze naturale, valoarea maximă a acestui raport se recomandă a fi, de regulă, 10, uneori chiar 15. Pentru un sistem cu diafragmă, cu un singur traductor de presiune diferenţială, care funcţionează la presiune constantă, valoarea maximă a acestui raport este de regulă 3, la o incertitudine în jurul valorii de 1 %. Soluţia cea mai frecventă pentru efectuarea de măsurări cu raport dinamic mare este divizarea fluxului de gaz şi folosirea mai multor sisteme de măsurare în paralel.

Considerăm util să menţionăm că valoarea maximă a raportului dinamic, r, depinde într-o măsură importantă de condiţiile de mediu ce se asigură elementelor secundare. Adesea traductoarele se dispun într-un mediu cu temperatură controlată.

Atunci când influenţa mediului asupra traductorului primar este semnificativă, este dificil să se corecteze rezultatul măsurării. În fig. 6 se poate vedea o schemă practică pentru calibrarea unui

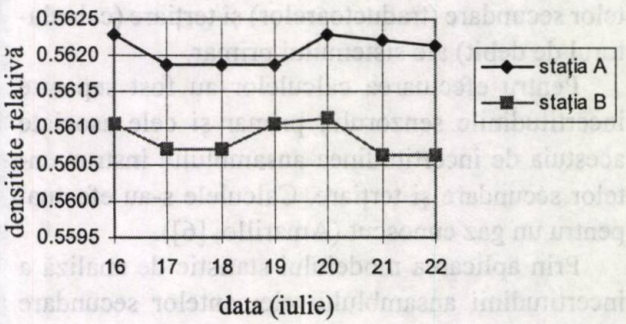


Fig. 5. Diagrama evoluţiei densităţii relative

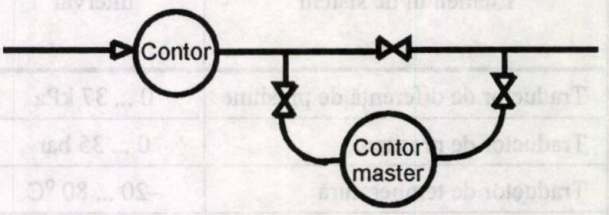


Fig. 6. O schemă de calibrare cu contor master

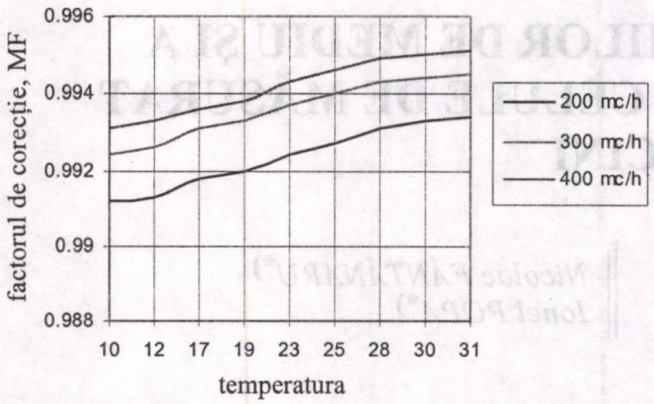


Fig. 7. Diagrama evoluţiei factorului de corecţie, MF, al unui contor cu rotoare spiralate funcţie de temperatură

contor de volum pentru produse petroliere, în condiţii de lucru. În general, o astfel de schemă permite determinarea unui factor de corecţie MF mediu pentru un mic interval de variaţie a debitului, dar numai la temperatura fluidului.

În fig. 7 sunt reprezentate curbele de variaţie a factorului de corecţie al contorului, MF, funcţie de temperatură şi debit. După cum reiese din diagramă, în acest caz influenţa temperaturii este de 0,1 % / 10 °C, iar influenţa debitului este de 0,2 % / $r = 2$.

De regulă, calculatoarele de debit pot corecta influenţa debitului, dar nu şi a temperaturii. În consecinţă, influenţa temperaturii va afecta considerabil incertitudinea sistemului.

Ca măsură paleativă, adesea se asociază un factor de corecţie, MF, cu un interval de temperaturi, ceea ce implică adaptarea frecvenţei de calibrare şi mărirea costului măsurării.

Remarcăm legătura strânsă între raportul dinamic, variaţia condiţiilor de mediu şi costul măsurării, ceea ce impune existenţa unei activităţi susţinute de asigurare metrologică.

În practica sistemelor mari (încercări, aprobări de model, estimări de parametri, analiză şi diagnosticare), apar situaţii în care obţinerea unei informaţii de măsurare cu incertitudine controlată necesită tehnici specifice acestor sisteme. Dezvoltarea mijloacelor de prelucrare a informaţiei este pe cale să extindă limita actualmente acceptată a noţiunii de sistem. Operarea cu modele pentru analiza resurselor metrologice ale sistemelor este de-acum o activitate comună şi indispensabilă.

Lucrarea a încercat să prefigureze câteva din aspectele concrete ale acestei evoluţii, aşa cum au fost întâlnite în activitatea practică a autorului.

BIBLIOGRAFIE

[1] x x x OIML R 117 Measuring Systems for Liquids, Other then Water, Ed. 1995 (E)

[2] x x x ISO 5167-1 Measurement of Fluid Flow by Means of Pressure Differential Devices – amendment 1 – 1998

[3] x x x Manual of Petroleum Measurement Standards – chapter 21 – Flow Measurement Using Electronic Metering Systems – section 1 Electronic Gas Measurement API – AGA – 1993

[4] x x x Manual of Petroleum Measurement Standards – chapter 21 – Flow Measurement Using Electronic Metering Systems – section 2 Electronic Liquid Volume Measurement Using Positive Displacement and Turbine Meters API 1998

[5] x x x Gas Volume Electronic Conversion Devices CEN/TC/237/WG4 – 1995

[6] x x x Compresibility Factors of Natural Gas and Other Related Hidrocarbon Gases – AGA 8 – 1994

[7] x x x Petroleum Measurement Tables vol. 7 – 10 – ASTM D 1250

[8] *Richard Rans*, Real Time Measurement, Coordination of Information Processing from the Field Meter to the Bill – 2-nd International Symposium on Fluid Flow Measurement – Calgary - 1990

[9] *Richard Rans*, Timely Accurate Measurement Information; Management of Data Collection, Maintenance and Publication of Measurement Information 4-th Symposium on Fluid Flow Measurement – Calgary – 1998

[10] *I. F. Creţu*, Flow Computer Verification – OIML Bulletin vol. XL, no. 1/1999

INFLUENŢA CONDIŢIILOR DE MEDIU ŞI A SUPRAÎNCĂRCĂRII LA CELULE DE MĂSURAT SARCINI

Nicolae FÂNTÂNARU[*)]
Ionel POPA[*)]

Abstract: *The influence of the changes in the environment conditions and of overloading is compared for 19 types of load cells, manufactured by eight outstanding companies from five countries. The comparison is based on the results obtained during the type tests performed on these load cells. The comparison criterium was "the accuracy reserve" defined as the difference between the admissible error and the maximum error recorded for each rated parameter corresponding to the influence of the environment conditions and of overloading.*

Résumé: *On compare l'effet des variations des conditions de l'environnement et de la surcharge pour 19 types de cellules de charge produites par huit entreprises renommées de cinq pays. La comparaison est basé sur les résultats obtenus à l'occasion des essais de types pour cettes cellules. Le critère de comparaison utilisé a été "la réserve d'exactitude" definie comme la difference entre l'erreur acceptée et l'erreur maxima enregistrée pour chaque paramètre normalisé relatif à l'influence des conditions de l'environnement et de la surcharge.*

1 Consideraţii generale

Celulele de măsurat sarcini fac parte din categoria senzorilor destinaţi măsurării mărimilor mecanice prin metode electrice. O importantă răspândire a acestei categorii este înregistrată de celulele de măsurat sarcini al căror senzor este format dintr-un element elastic metalic pe care este aplicat un montaj de tensorezistoare (mărci tensometrice) conectate convenabil, astfel ca semnalul de ieşire furnizat (şi amplificat) să fie proporţional cu sarcina aplicată.

Un asemenea traductor este denumit de unii utilizatori "doză tensometrică" (termen adoptat din limba germană), respectiv "captator" (din limba franceză), dar termenul standardizat la noi este acela de "celulă de măsurat" [1; 3] (de sorginte anglo-saxonă).

În perioada 1992-1996, la Institutul Naţional de Metrologie (INM) Laboratorul Forţe-Durităţi Timişoara, s-a efectuat încercarea de model (omologarea metrologică) a 19 tipuri de celule de măsurat sarcini prezentate de opt firme din cinci ţări, totalizând 38 bucăţi celule (modele).

Într-o lucrare anterioară [2] s-au examinat erorile de bază ale acestora şi anume erorile de liniaritate, repetabilitate, histerezis, justeţe şi calibrare, urmând ca prezenta lucrare să trateze şi erorile suplimentare, adică acelea care apar sub influenţa variaţiei condiţiilor de mediu şi/sau la aplicarea unor suprasarcini.

2 Utilaje şi etaloane folosite

La INM Laboratorul Timişoara, determinarea influenţei condiţiilor de mediu s-a efectuat cu:

– Cameră climatică Feutron tip KPK 400V & Computer model 3512/11 nr. 0161/89 cu intervalul de temperatură (–30...100) °C şi de umiditate relativă (10...95) %;

– Echipament pentru mediul ambiant – Agregat de climatizare tip KT2 cu debitul de aer 1600 m^3/h ± 10 % şi capacitate calorifică 5000 kcal/h ± 5 %.

Probele efectuate la Institutul de Metrologie din Suedia (SP Boras) s-au realizat cu cameră climatică amovibilă tip Brabender, aplicabilă la maşina etalon de forţă tip Schenck.

*) Institutul Naţional de Metrologie, Laboratorul Forţe-Durităţi Timişoara, str. Crizantemelor nr. 64.

Tabelul 1

Codificarea celulelor încercate

Tip	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Bucăţi	1	1	1	4	4	6	3	1	3	2
Firma	A			B			C	D	E	F

Tip	XI	XII	XIII	XIV	XV	XVI	XVII	XVIII	XIX
Bucăţi	1	1	1	1	1	1	1	1	4
Firma	G								H

Încercările la suprasarcină s-au executat cu etaloanele de forţă menţionate în tabelul 1 şi 2 din lucrarea citată [2].

3 Caracteristicile celulelor încercate

Date complete asupra caracteristicilor modelelor încercate au fost înscrise în tabelul 3 din lucrarea [2] şi anume sarcina nominală, felul solicitării (tracţiune/compresiune), sensibilitatea şi clasa de exactitate. S-au adoptat denumiri convenţionale ale modelelor şi anume cele opt firme constructoare au fost notate cu A...H, iar cele 19 tipuri s-au notat cu I...XIX, pentru a se evita o ierarhizare ăn funcţie de performanţe şi, implicit, o eventuală formă de reclamă mascată. Tabelul 1 sintetizează acest aspect.

4 Parametrii determinaţi

Încercările s-au efectuat conform reglementărilor interne [1; 3] şi internaţionale [4], semnificaţia simbolurilor fiind următoarea:

$d_{030'}$; d_{04h} – deriva semnalului de zero măsurată după 30 min, respectiv după 4 h de la anularea sarcinii nominale (la temperatura ambiantă);

$d_{n30'}$; d_{n4h} – deriva semnalului de ieşire la sarcina nominală măsurată după 30 min, respectiv după 4 h de meţinere a sarcinii nominale (la temperatura ambiantă);

d_{0tn}; d_{0t1} – deriva cu temperatura a semnalului de zero măsurată după o variaţie de temperatură de 10 °C în domeniul nominal, respectiv în domeniul de lucru de temperaturi;

d_{ntn} – deriva cu temperatura a semnalului de ieşire la sarcina nominală măsurată după o variaţie de 10 °C în domeniul nominal de temperaturi, acesta fiind de regulă (–10 ... +40) °C;

$e_{k150\%}$; $e_{k200\%}$ – eroarea de calibrare la o suprasarcină de 150 %, respectiv de 200 % din sarcina nominală (la temperatura ambiantă);

$e_{k100\%}$ – eroarea de calibrare la sarcina nominală după descărcarea suprasarcinii (revenirea la sarcina nominală la temperatura ambiantă);

e_{k0} – eroarea de zero după descărcarea suprasarcinii (revenirea la zero la temperatura ambiantă);

C_{MDLOR} – eroarea de revenire la sarcina minimă (care poate fi diferită de zero, la temperatura ambiantă);

$C_{H\min}$; $C_{H\text{nom}}$ – eroarea sarcinii minime, respectiv a sarcinii nominale după încercarea la căldură umedă ciclică (metoda Db din STAS 8393/5-81) la temperatura ambiantă.

Calculul acestor parametri s-a efectuat după formulele date în bibliografia citată [1; 3; 4].

S-a determinat şi rezerva de exactitate R_E a fiecărui parametru definită de relaţia:

$$R_E = \frac{\text{eroare tolerată} - \text{eroare maximă constatată}}{\text{eroare tolerată}} \cdot 100\ \%$$

şi calculată pentru:

- fiecare parametru din categoria erorilor suplimentare;
- valoarea medie pe parametru şi celulă;
- valoarea medie pe tip sau firmă;
- valoarea medie pe categorie de parametri;
- valoarea medie pe parametri sau firme.

Rezerva de exactitate determinată în aceste variante se constituie într-o tentativă de a cuantifica performanţele calitative ale unei singure celule, ale unui tip constructiv sau a tuturor tipurilor unui anumit fabricant, în ceea ce priveşte erorile suplimentare, adică erorile cauzate de influenţa condiţiilor de mediu şi de suprasarcină.

Tabelul 2

Rezerva de exactitate RE % la probele efectuate

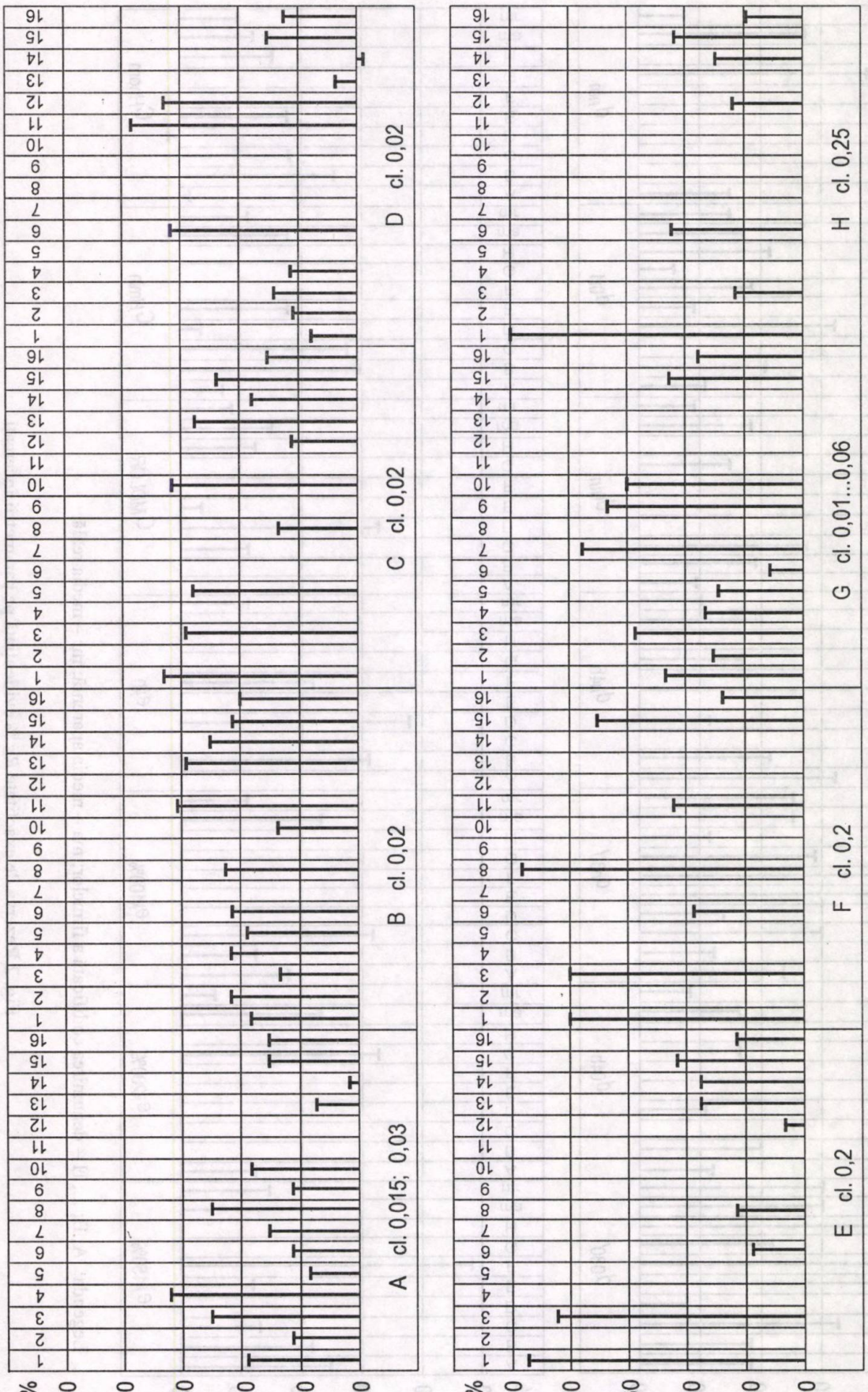
Firma	Clasa de exactitate	Câți parametri au fost încercați		Deriva (în timp) a semnalului de				Deriva cu temperatura a semnalului în % / 10°C la			Suprasarcina în % din sarcina nominală F_n				Revenire la sarcina minimă	Efecte ale umidității (căldură umedă ciclică)		Media RE în % pe			
				zero		ieșire la sarcina nominală		zero		sarcina nominală	Eroarea de							firmă		firme	
				d_0		d_n		d_{0t} în domeniul		d_{nt} [3]	calibrare la		revenire la			C_H		aparentă	reală	aparentă	reală
		nr.	% [4]	30′	4 h	30′	4 h	nominal [1]	de lucru [2]	nominal [1]	150%	200%	100%	zero	C_{MDLOR}	min	nom				
A	0,015;0,03	12	100,0	37,5	23,6	48,4	63,2	17,9	22,1	30,0	48,2	23,5	35,5	–	–	12,5	3,3	30,5	30,5		
B	0,02	11	91,7	35,3	41,2	25,9	42,7	38,1	42,1	–	44,3	–	26,3	62,4	–	59,4	49,9	42,5	39,0		
C	0,02	8	66,7	65,9	–	59,2	–	54,5	–	–	26,5	–	62,8	–	22,0	54,7	34,7	47,5	31,7		
D	0,02	10	83,3	13,5	21,6	27,5	22,6	–	64,3	–	0	–	–	75,5	66,0	7,0	–3,0	29,5	24,6	43,5	28,8
E	0,2	7	58,3	95,0	–	83,8	–	–	16,8	–	23,7	–	–	–	7,0	34,5	33,7	42,1	24,5		
F	0,2	5	41,7	80,0	–	80,0	–	–	35,0	–	97,2	–	–	45,0	–	–	–	67,4	28,1		
G	0,01...0,06	9	75,0	44,8	30,7	57,6	32,7	28,2	10,2	74,6	–	65,6	60,1	–	–	–	–	44,9	33,7		
H	0,25	5	41,7	100,0	–	23,1	–	–	44,4	–	–	–	–	–	23,1	–	28,9	43,9	18,3		
La câte firme s-a încercat parametrul menționat		nr.		8	4	8	4	4	7	2	6	2	4	3	4	5	6				
		% [4]		100,0	50,0	100,0	50,0	50,0	87,5	25,0	75,0	25,0	50,0	37,5	50,0	62,5	75,0				
Media R_E în % pe	parametru	aparentă		59,0	29,3	50,7	40,3	34,7	33,6	52,3	40,0	44,6	46,2	61,0	29,5	33,6	24,6				
		reală		59,0	14,7	50,7	20,2	17,4	29,4	13,1	30,0	11,2	23,1	22,9	14,8	21,0	18,5				
	parametri	aparentă		41,4																	
		reală		24,7																	

[1] –10...40 °C (compensat).

[2] –30 sau –20...60; 65; 70 sau 85 °C.

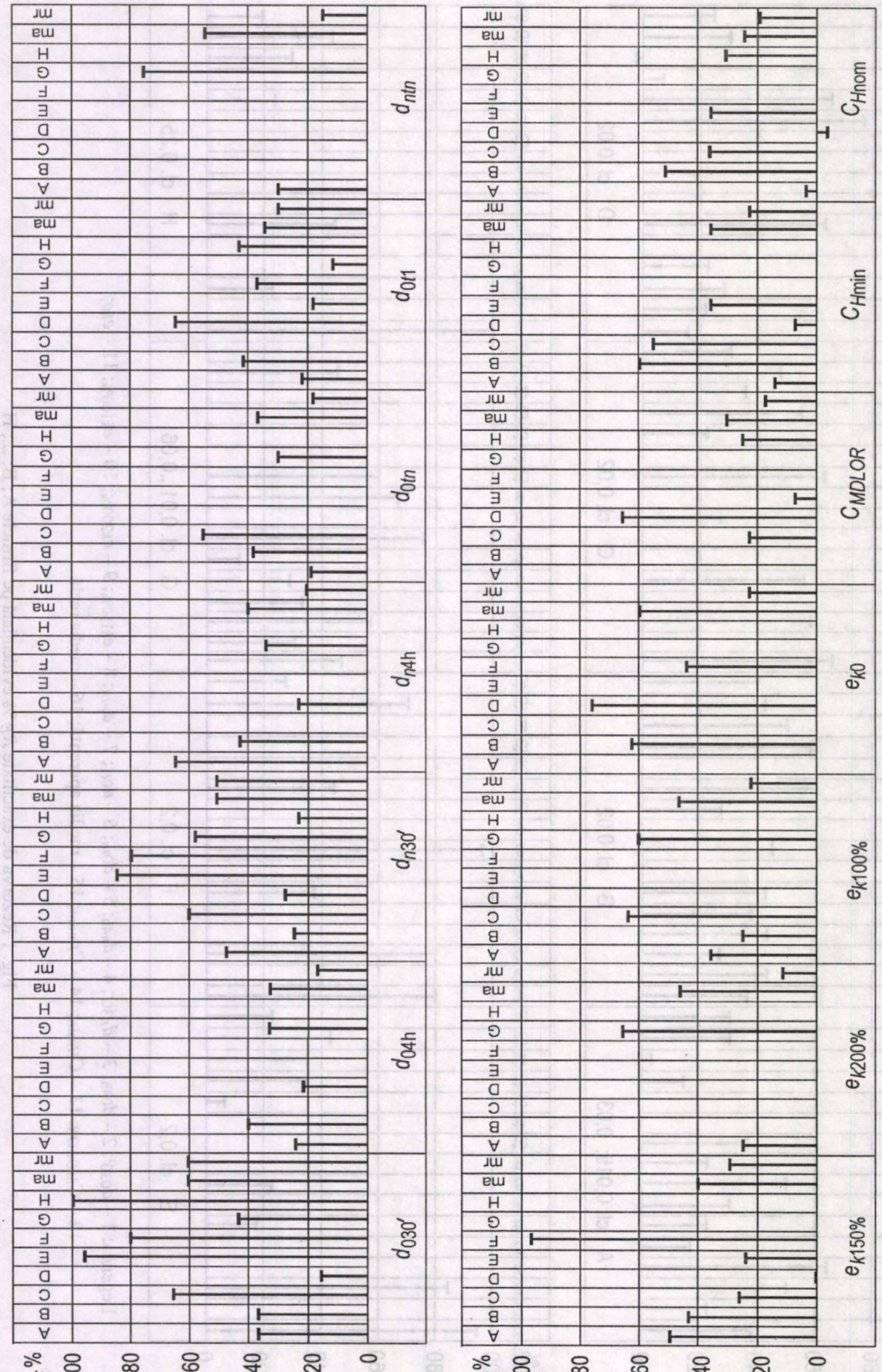
[3] Probă efectuată la producător.

[4] Din nr. maxim de parametri încercați.



Legenda: 1 – $d_{030'}$; 2 – d_{04h}; 3 – $d_{n30'}$; 4 – d_{n4h}; 5 – d_{0itn}; 6 – d_{0i1}; 7 – d_{itn}; 8 – $e_{k150\%}$; 9 – $e_{k200\%}$; 10 – $e_{k100\%}$; 11 – e_{k0}; 12 – C_{MDLOR}; 13 – C_{Hmin}; 14 – C_{Hnom}; 15 – media aparentă; 16 – media reală

Fig. 1 Rezerva de exactitate R_E % evidențiată pe firmele A; B; ...; H



Legenda: A; B; ...; H – denumirea codificată a firmelor; ma – media aparentă; mr – media reală.

Fig. 2 Rezerva de exactitate R_E % evidențiată pe parametrii încercați

5 Performanţe constatate

Pornind de la tabele cu rezultate obţinute pentru fiecare celulă încercată ale fiecărei firme şi calculând rezerva de exactitate aferentă, s-a întocmit în final tabelul 2 cu rezerva de exactitate R_E a tuturor parametrilor nominalizaţi.

Pentru o evaluare obiectivă a calităţii celulelor cu referire la erorile lor suplimentare, se impune a se lua în considerare numărul de parametri garantaţi de fiecare firmă în raport cu numărul total al parametrilor nominalizaţi. S-a definit astfel pentru rezerva de exactitate:

- media aparentă egală cu media valorilor rezultate din probele efectuate;
- media reală egală cu media aparentă înmulţită cu procentul din numărul total de probe.

Este normal ca o firmă să fie cu atât mai performantă, cu cât garantează respectarea cât mai multor erori suplimentare, ceea ce nu este cazul la numărul erorilor de bază [2] egal (şi obligatoriu) pentru toate firmele (liniaritate, repetabilitate etc.).

În vederea tragerii unor concluzii, în figura 1 s-au reprezentat rezervele de exactitate R_E ale parametrilor nominalizaţi şi valoarea medie a acestora pentru fiecare firmă, iar în figura 2 sunt reprezentate rezervele de exactitate R_E asigurate de producători pentru fiecare parametru nominalizat, precum şi media pe firme ale acestora.

6 Concuzii

Din tabelul 2, respectiv din figurile 1 şi 2 se pot trage concluzii asupra rezervei de exactitate R_E, atât a parametrilor determinaţi, cât şi a firmelor în discuţie. După cum s-a specificat şi la pct. 5, se vor analiza numai valorile medii reale ale lui R_E, ca fiind singurele valori obiective care reflectă situaţia reală, şi anume ţin seama de ponderea numărului de încercări efectuate asupra fiecărei celule, corespunzător fiecărui parametru garantat de fabricant.

Astfel, rezerva de exactitate medie reală a parametrilor reglementaţi (definitorii pentru erorile suplimentare) se înscrie în intervalul (11,2...59,0) %, iar valoarea medie a tuturor acestor parametri este de 24,7 %.

Cât priveşte valoarea medie reală a rezervei pentru o anumită firmă, aceasta cuprinde intervalul (18,3...39,0) %, cu media pentru toate firmele de 28,8 %.

Din tabelul 2 se observă că rezerva medie reală minimă (11,2 %) se înregistrează la eroarea de calibrare la suprasarcina de 200 % F_n, iar cea maximă la deriva semnalului de zero după 30′ (59,0 %). În raport cu clasa de exactitate, pe care şi-a propus-o, cea mai puţin performantă firmă apare firma H cu o rezervă de 18,3 % pentru clasa 0,25, iar cea mai performantă firmă este firma B cu o rezervă de 39,0 % pentru clasa 0,02.

În ansamblu se poate afirma că celulele examinate asigură o rezervă de exactitate medie reală a erorilor suplimentare de 24,7 % faţă de clasa de exactitate declarată în prospect şi verificată la încercările de model, ale căror rezultate au fost expuse în prezenta lucrare.

Se constată că rezerva de exactitate medie reală a erorilor suplimentare este de acelaşi ordin de mărime cu rezerva de exactitate a erorilor de bază egală cu 24,4 %, valoare determinată într-o lucrare anterioară [2].

BIBLIOGRAFIE

[1] SR 11852/4-93 Celule de sarcină cu tensorezistoare pentru măsurat forţe sau mase. Condiţii tehnice de verificare.

[2] *Fântânaru N., Hodor D.* Performanţe recente ale unor celule de măsurat sarcini. Al VII-lea Simpozion naţional de tensometrie, vol. II, p. 201-210, Universitatea Suceava, 1996.

[3] NTM 3-81-86 Norma tehnică de metrologie – Verificarea metrologică a celulelor cu tensorezistoare pentru măsurat forţe sau mase. Editura Tehnică, Bucureşti, 1988.

[4] OIML R60-91 Metrological regulation for load cells & Annex A-93 Test report format for the evaluation of load cells.

MĂSURAREA VIBRAŢIILOR PRODUSE DE PULSATORUL HIDRAULIC ZDMPu10

Nicolae FÂNTÂNARU[*)]
Vsevolod BURCĂ[*)]

Abstract: *The results obtained by recording the vibrations of the walls of the building and of the foundation of a test machine with a hydraulic pulse generator during its operation are presented. Two Hottinger type B3 seismic probes associated with two measuring amplifiers and a multiple loop oscillograph have been used for several test frequencies. The influence of the vibrations intensity on the working conditions expressed in vibrar has been examined. The measured values are compared with the admissible ones and the behavior of the building, as well as the working conditions are discussed.*

Résumé: *On présente les résultats obtenus par l'enregistrement des vibrations des murs du bâtiment et du fondement d'une machine d'essai à pulsateur hydraulique pendent son fonctionnement. On a utilisé deux capteurs sismiques Hottinger type B3, avec deux amplificateurs de mesure et un oscillographe à boucles, pour plusieurs fréquences d'essai. On examine l'influence de l'intensité des vibrations sur les conditions de travail, exprimée en vibrar. On compare les valeurs mesurées avec les valeurs admissibles et on discute le comportement du bâtiment et les conditions de travail.*

1 Introducere şi scop

În Laboratorul de rezistenţa materialelor al unui institut de învăţământ superior, s-a instalat maşina de încercat universală, prevăzută cu pulsator hidraulic tip ZDMPu 10, fabricaţie WPM Leipzig nr. 245/1/70, destinată determinării rezistenţei la oboseală a materialelor.

Maşina de încercat ZDMPu 10 are două regimuri de funcţionare:

– static, cu forţe de până la 300 kN;

– dinamic, cu cicluri având forţa maximă de până la 100 kN la o frecvenţă de solicitare de 500 ... 2000 cicl/min.

Încercările la oboseală, urmând a fi efectuate cu cicluri de solicitare de [1] compresiune pulsantă, având forţa maximă $F\max = 80$ kN şi forţa minimă $F\min = 60$ kN, s-a verificat atât exactitatea acestor cicluri, cât şi mărimea vibraţiilor induse de aceste cicluri în fundaţia maşinii şi în peretele clădirii dinspre curte. Spectrul de frecvenţe de solicitare examinat pentru aceste cicluri a fost de 750 ... 1750 cicl/min în trepte de câte 250 cicl/min şi 800 ... 1900 cicl/min în trepte de 100 cicl/min.

În timpul măsurărilor, în locul epruvetei, în maşina de încercat a fost montată o doză tensometrică de compresiune de 1 MN cu rigiditatea de $4 \cdot 10^6$ daN/cm. Nu s-a făcut determinarea frecvenţei proprii de oscilaţie a clădirii. Lucrarea şi-a propus două obiective:

a) Determinarea vibraţiilor produse de funcţionarea pulsatorului pe fundaţia maşinii şi pe peretele clădirii dinspre curte, în ambele situaţii, vibraţiile fiind măsurate pe verticală;

b) Analiza influenţei intensităţii vibraţiilor asupra clădirii şi a condiţiilor de lucru.

Pentru măsurarea / înregistrarea parametrilor vibraţiilor s-a utilizat echipamentul format din [2; 3; 4; 5]:

– două captoare de vibraţii Hottinger tip B3 (unul pentru fundaţia maşinii şi unul pentru perete);

– două amplificatoare de măsurare Hottinger: primul tip KWS/T-5 pentru vibraţiile fundaţiei maşinii, respectiv al doilea, tip KWSII/5, pentru vibraţiile peretelui;

– oscilograf cu bucle Honeywell tip Visicorder 1706 cu şase canale de înregistrare, din care s-au folosit două.

*) Institutul Naţional de Metrologie, Laboratorul Forţe-Duritãţi Timişoara, str. Crizantemelor nr. 64.

2 Rezultatele obținute

Datele experimentale s-au concretizat în 20 de oscilograme conținând înregistrarea simultană pe verticală a vibrațiilor fundației mașinii și a peretelui dinspre curte, pe fiecare oscilogramă înregistrându-se, în partea superioară, vibrațiile fundației mașinii și, în partea inferioară, vibrațiile peretelui. Cu excepția oscilogramelor nr. 1 și 8, care au servit la înregistrarea semnalelor etalon statice de 10 μm, necesare prelucrării rezultatelor potrivit metodologiei cunoscute, restul oscilogramelor conțin informații asupra frecvenței și amplitudinii deplasărilor pe verticală a vibrațiilor produse pe fundația mașinii (tabelul 1) și pe perete (tabelul 2).

În aceste tabele, amplitudinea deplasării "*a*" s-a măsurat direct pe oscilograme, notându-se cu "+" componenta pozitivă, respectiv cu "–" componenta negativă a amplitudinii vibrației măsurate. Ceilalți parametri s-au calculat după cum urmează [2]:

- frecvența $f = n/60$ Hz, n fiind frecvența de solicitare în cicl/min;
- pulsația ω (sau p)$= 2\pi f$ rad/s;
- amplitudinea vitezei $v = a\omega \cdot 10^{-4}$ cm/s, unde a este amplitudinea deplasării (scoasă din oscilograme) în μm;
- amplitudinea accelerației $w = a\omega^2 \cdot 10^{-4}$ cm/s^2 (a fiind măsurat în μm);
- intensitatea vibrației $i = w^2/f$ cm^2/s^3, respectiv $S = 10 \lg \frac{i}{i_s}$ vibrar, unde $i_s = 0{,}1$ cm^2/s^3 este o cifră de reper [2].

3 Limite admise ale vibrațiilor

3.1 *Limite admise pentru fundația pulsatorului*

În această materie ne stă la îndemână lucrarea [2], care indică limitele superioare ale valorilor admisibile pentru amplitudinile vibrațiilor (deplasărilor) pe verticală, măsurate pe fundația mașinii. Din tabelul 2.5 al lucrării [2] rezultă că, la turații de 750 ... 3000 rot/min corespund amplitudini ale deplasărilor verticale admise de 90 ... 30 μm, iar printr-o interpolare liniară, domeniului de 750...1900 rot/min îi corespunde domeniul admis $a = 90$ ... 52 μm, unde 1 rot/min s-a echivalat cu 1 ciclu/min. Cu ajutorul formulelor menționate la cap. 2 de mai sus, s-au calculat limitele admise corespunzătoare amplitudinilor vitezei și accelerației, respectiv intensității (sau tăriei). Valorile obținute sunt redate în tabelul 1.

3.2 *Limite admise pentru fundația clădirii*

În tabelul 1 și fig. 1 din standardul [6] se indică nivelul de tărie (intensitate) admisibil al vibrațiilor pentru fundațiile clădirilor, exprimat în vibrar.

În domeniul frecvențelor măsurate de 12,5 ... 31,7 Hz, considerând limitele mai strânse definite de curba C3 din fig. 1 a standardului [6], rezultă limitele de intensitate admise $s = 25$ ... 27 vibrar. Pornind de la aceste valori și aplicând formulele de la cap. 2 în sens invers, respectiv:

$i = 10^{\frac{5}{10}-1}$ cm^2/s^3 (s în vibrar); $w = \sqrt{if}$ cm/s^2;

$v = w/\omega$ cm/s ; $a = v/\omega \cdot 10^4$ μm ;

se obțin limitele admise ale acestor parametri, redați de asemenea în tabelul 1.

3.3 *Limite admise pentru perete*

În standardul [6] aceste limite nu apar prescrise explicit (ca cele admise pentru fundație). La pct. 2.5, standardul [6] arată că valorile admisibile pentru nivelul echivalent interior al vibrațiilor în unitățile funcționale din clădiri, se exprimă prin curbe de egal efect fiziologic conform tabelului 2 din [6]. În cazul de față, considerând fig. 5 (vibrații longitudinale, respectiv pe verticală) din standardul [6] și curba cu numărul de ordine +7 (clădiri tehnico-administrative), pentru limitele 12,5 ... 31,7 Hz rezultă $s = 9$ ... 13 vibrar, ca limite admise pentru perete. Pornind de la aceste valori și aplicând formulele menționate la pct. 3.2, se obțin limitele admisibile pentru nivelul echivalent interior al vibrațiilor, redate în tabelul 2.

4 Interpretări și concluzii

4.1 *Vibrații măsurate pe fundația pulsatorului*

Limitele parametrilor acestor vibrații sunt date în tabelul 1 și reprezentate în fig. 1 cu indicele M. Valorile admise pentru limitele vibrațiilor de pe fundația pulsatorului sunt date tot în tabelul 1. Se observă că toți parametrii vibrațiilor măsurate pe fundația pulsatorului se înscriu în limitele valorilor admisibile pentru fundația mașinii.

Se precizează că în fig. 1 (cât și în fig. 2) nu s-a ilustrat variația funcției respective, ci s-au reprezentat numai limitele valorilor acestor parametri corespunzătoare frecvențelor măsurate, limite între

Tabelul 1

Regimul de lucru al maşinii			Oscilo-grama nr.	Valori ale vibraţiilor produse pe fundaţia pulsatorului											
Forţa	Treapta de frecvenţă	Frecvenţa		Frecvenţa	Pulsaţia	Amplitudinea						Intensitatea (tăria)			
						deplasării		vitezei		acceleraţiei					
						a		*v*		*w*		*i*		*s*	
F	Δ*n*	*n*		*f*	ω(*p*)	+	–	+	–	+	–	+	–	+	–
kN	cicl/min			Hz	rad/s	μm		cm/s		cm/s^2		cm^2/s^2		vibrar	
$F_{max} = 80$; $F_{min} = 60$; $2F_a = 20$	250	750	2	12,50	78,50	3,60	4,00	0,028	0,031	2,22	2,46	0,39	0,48	5,91	6,81
		1000	3	16,70	104,90	10,00	10,00	0,105	0,105	11,00	11,00	7,25	7,25	18,60	18,60
		1250	4	20,80	130,60	5,00	5,75	0,065	0,075	8,53	9,81	3,50	4,63	15,44	16,66
		1500	5	25,00	157,00	6,00	6,75	0,094	0,106	14,79	16,64	8,75	11,08	19,42	20,45
		1750	6	29,20	183,40	6,00	6,25	0,110	0,115	20,18	21,02	13,95	15,13	21,45	21,80
		750	7	12,50	78,50	3,50	5,00	0,027	0,039	2,16	3,08	0,37	0,76	5,68	8,81
	100	800	9	13,30	83,50	6,00	6,50	0,050	0,054	4,18	4,53	1,31	1,54	11,17	11,88
		900	10	15,00	94,20	9,00	9,00	0,085	0,085	7,99	7,99	4,26	4,26	16,29	16,29
		1000	11	16,70	104,90	8,75	9,00	0,092	0,094	9,63	9,90	5,55	5,87	17,44	17,69
		1100	12	18,30	114,90	5,75	6,00	0,066	0,069	7,59	7,92	3,15	3,43	14,98	15,35
		1200	13	20,00	125,60	2,50	2,50	0,031	0,031	3,94	3,94	0,78	0,78	8,92	8,92
		1300	14	21,70	136,30	5,50	6,00	0,075	0,082	10,22	11,15	4,81	5,73	16,82	17,58
		1400	15	23,30	146,30	6,50	7,00	0,095	0,102	13,91	14,98	8,30	9,63	19,19	19,84
		1500	16	25,00	157,00	6,00	6,75	0,094	0,106	14,79	16,64	8,75	11,08	19,42	20,45
		1600	17	26,70	167,70	5,00	5,50	0,084	0,092	14,06	15,47	7,40	8,96	18,69	19,52
		1700	18	28,30	177,70	5,50	6,00	0,098	0,107	17,37	18,95	10,66	12,69	20,28	21,03
		1800	19	30,00	188,40	5,50	6,00	0,104	0,113	19,52	21,30	12,70	15,12	21,04	21,80
		1900	20	31,70	199,10	5,50	6,00	0,109	0,119	21,80	23,78	14,99	17,84	21,76	22,51
Limite ale vibraţiilor pe fundaţia	maşinii		Măsurate	12,5...31,7	78,5...199,1	10 ... 2,5		0,119 ... 0,027		2,16 ... 23,78		0,37 ... 17,84		5,68 ... 22,51	
			Admise cf.	[1] tabel 2.5		90 ... 52		1,035 ... 0,707		55,46 ... 206,13		246 ... 1340		33,91 ... 41,27	
	clădirii		Admise cf.	[6] tabel 1, fig. 1		32,25... 10,05		0,253 ... 0,200		19,87 ... 39,85		31,6 ... 50,1		25 ... 27	

Tabelul 2

Regimul de lucru al maşinii			Oscilo-grama nr.	Valori ale vibraţiilor produse pe perete													
Forţa	Treapta de frecvenţă	Frecvenţa		Frecvenţa	Pulsaţia	Amplitudinea						Intensitatea (tăria)					
						deplasării		vitezei		acceleraţiei							
						a		*v*		*w*		*i*		*s*			
F	Δ*n*	*n*		*f*	ω(*p*)	+	–	+	–	+	–	+	–	+	–		
kN	cicl/min			Hz	rad/s	μm		cm/s		cm/s^2		cm^2/s^2		vibrar			
F_{max} = 80; F_{min} = 60; $2F_a$ = 20	250	750	2	12,50	78,50	1,20	1,80	0,009	0,014	0,74	1,11	0,04	0,10	–	0,00		
		1000	3	16,70	104,90	2,25	2,25	0,024	0,024	2,48	2,48	0,37	0,37	5,68	5,68		
		1250	4	20,80	130,60	2,00	2,00	0,026	0,026	3,41	3,41	0,56	0,56	7,48	7,48		
		1500	5	25,00	157,00	0,75	0,75	0,012	0,012	1,85	1,85	0,14	0,14	1,46	1,46		
		1750	6	29,20	183,40	1,00	1,00	0,018	0,018	3,36	3,36	0,39	0,39	5,91	5,91		
		750	7	12,50	78,50	1,50	1,50	0,012	0,012	0,92	0,92	0,07	0,07	–	–		
	100	800	9	13,30	83,50	2,00	2,25	0,017	0,019	1,39	1,57	0,15	0,19	1,76	2,79		
		900	10	15,00	94,20	2,75	3,00	0,026	0,028	2,44	2,66	0,40	0,47	6,02	6,72		
		1000	11	16,70	104,90	2,00	2,00	0,021	0,021	2,20	2,20	0,29	0,29	4,62	4,62		
		1100	12	18,30	114,90	1,25	1,50	0,014	0,017	1,65	1,98	0,15	0,21	1,76	3,22		
		1200	13	20,00	125,60	2,00	2,00	0,025	0,025	3,16	3,16	0,50	0,50	6,99	6,99		
		1300	14	21,70	136,30	1,75	2,00	0,024	0,027	3,25	3,72	0,49	0,64	6,90	8,06		
		1400	15	23,30	146,30	0,75	1,00	0,011	0,015	1,61	2,14	0,11	0,20	0,41	3,01		
		1500	16	25,00	157,00	0,75	0,75	0,012	0,012	1,85	1,85	0,14	0,14	1,46	1,46		
		1600	17	26,70	167,70	0,75	1,00	0,013	0,017	2,11	2,81	0,17	0,30	2,30	4,77		
		1700	18	28,30	177,70	1,00	1,00	0,018	0,018	3,16	3,16	0,35	0,35	5,44	5,44		
		1800	19	30,00	188,40	1,00	1,00	0,019	0,019	3,55	3,55	0,42	0,42	6,23	6,23		
		1900	20	31,70	199,10	1,00	1,00	0,020	0,020	3,96	3,96	0,49	0,49	6,90	6,90		
Limite ale vibraţiilor pe perete		Măsurate		12,5...31,7	78,5...199,1	3 ... 0,75		0,028 ... 0,009		0,74 ... 3,96		0,04 ... 0,64		0 ... 8,06			
		Admise prin echivalenţa curbei de egal efect fiziologic conform tabel 2 şi fig. 5 din [6]				5,10 ... 2,01		0,04		3,15 ... 7,96		0,8 ... 2		9 ... 13			

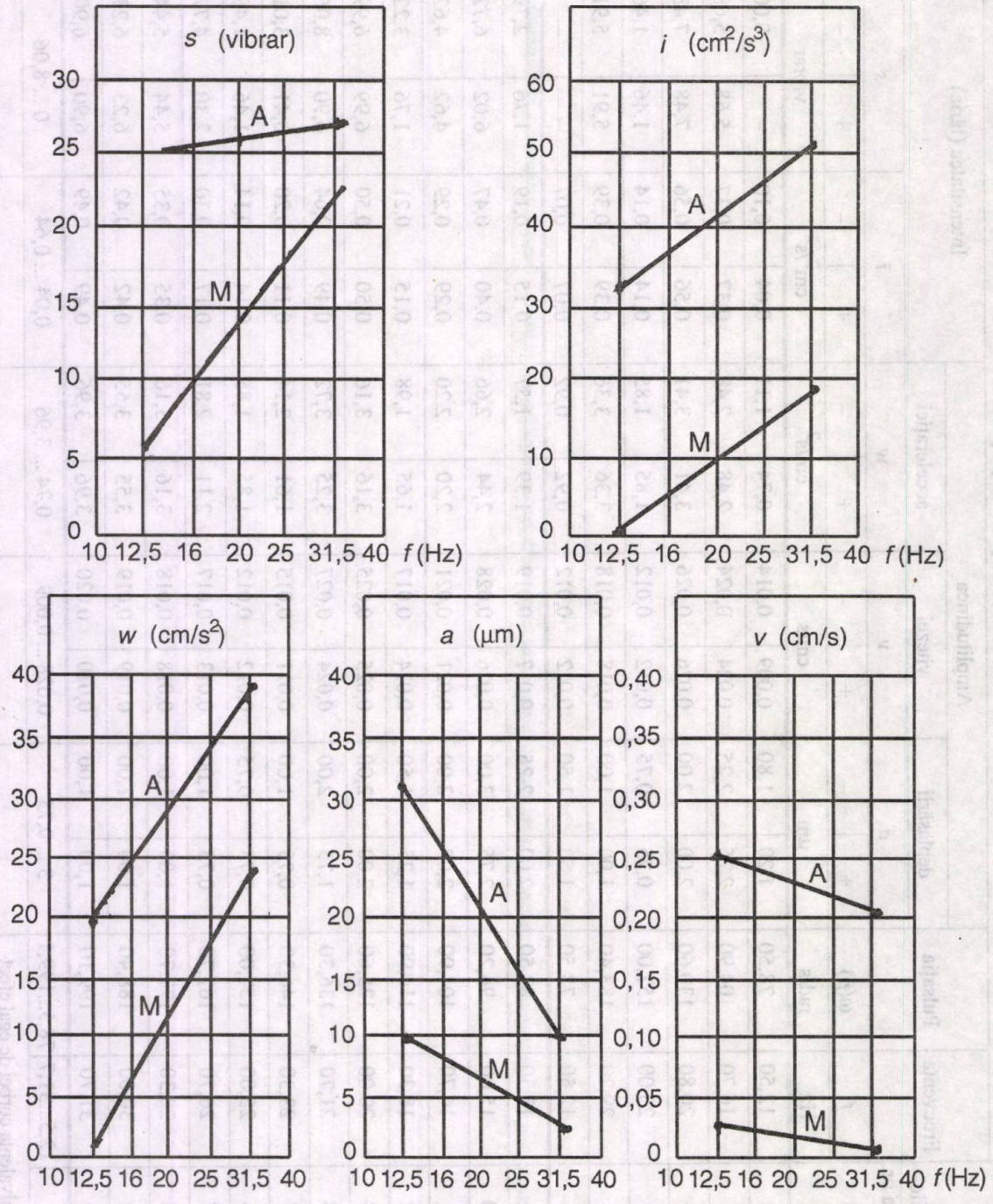


Fig. 1 Limite ale parametrilor vibraţiilor
M – măsurate pe fundaţia pulsatorului; A – admise în fundaţia clădirii

care s-a admis o variaţie convenţional liniară a valorilor în cauză.

4.2 *Vibraţii induse în fundaţia clădirii*

Limitele admise ale parametrilor acestor vibraţii sunt date în tabelul 1 şi reprezentate în fig. 1 cu indicele A. Se constată că toate valorile măsurate pe fundaţia maşinii sunt mai mici decât cele admise în fundaţia clădirii.

4.3 *Vibraţii măsurate pe peretele clădirii*

Limitele parametrilor acestor vibraţii sunt date în tabelul 2 şi reprezentate în fig. 2 cu indicele M. Limitele valorilor admisibile pentru nivelul echi-

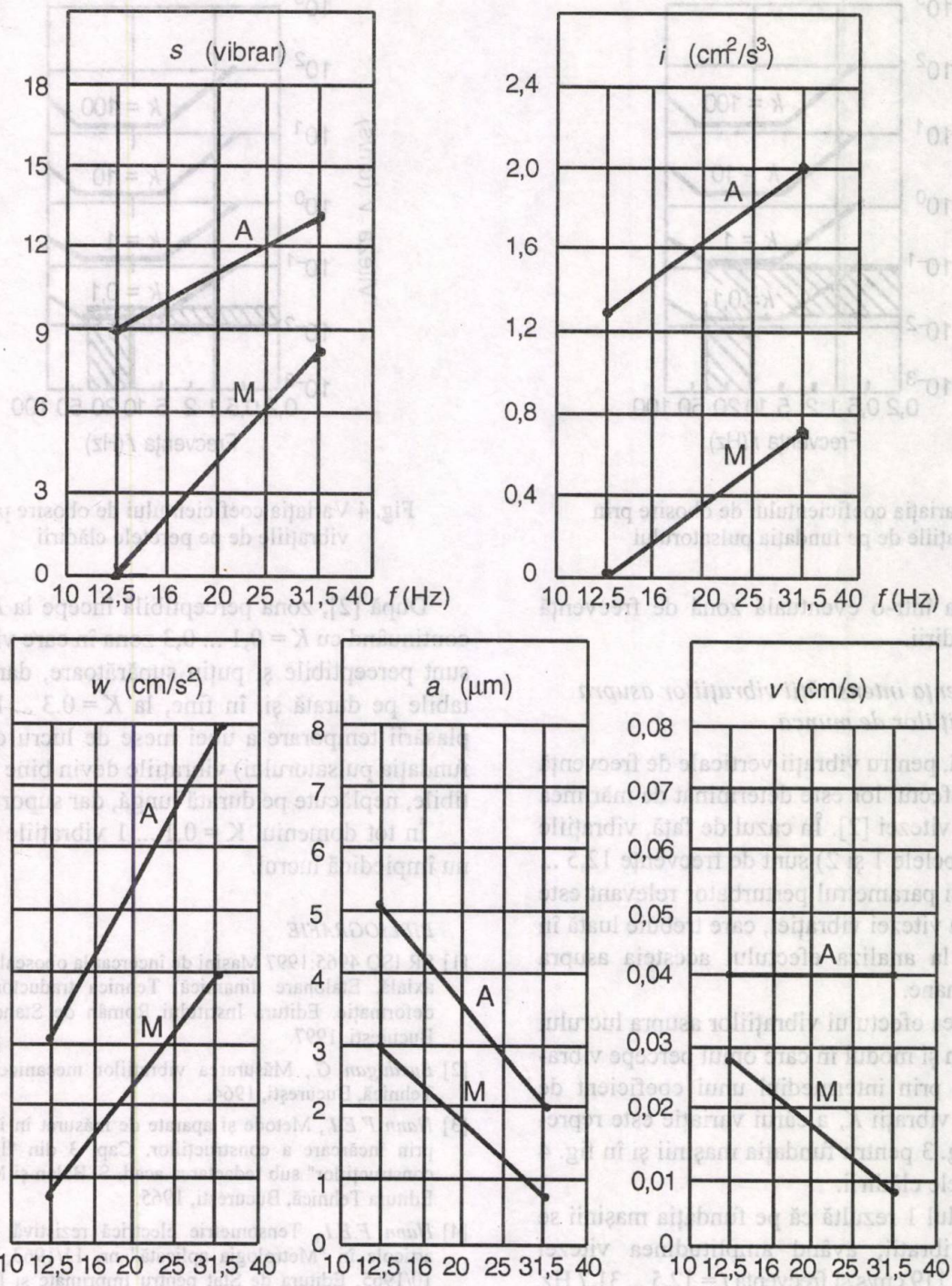


Fig. 2 Limite ale parametrilor vibrațiilor
M – măsurate pe perete; A – admise pe perete

valent interior al vibrațiilor, exprimat prin curba de egal efect fiziologic, sunt date tot în tabelul 2 și reprezentate în fig. 2 cu indicele A. Se observă că toți parametrii vibrațiilor măsurate pe peretele clădirii se înscriu în limitele admisibile determinate de curba de egal efect fiziologic.

Se constată că din totalitatea frecvențelor măsurate f = 12,5 ... 31,7 Hz, valorile de 12,5; 13,3 și 15 Hz se înscriu în gama de 4 ... 15 Hz, valori care reprezintă frecvențele proprii ale vibrațiilor clădirilor [2]; din acest motiv, încercările cu n = 750; 800 și 900 cicl/min sunt de evitat, pentru

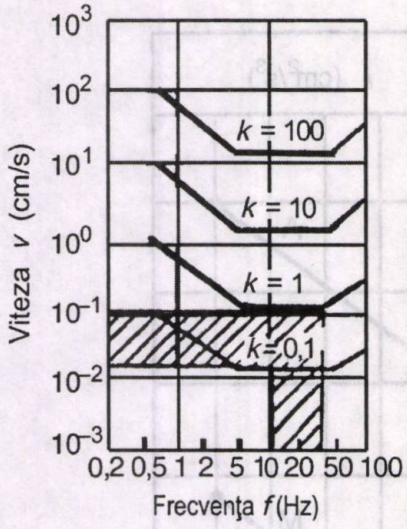


Fig. 3 Variaţia coeficientului de obosire prin vibraţiile de pe fundaţia pulsatorului

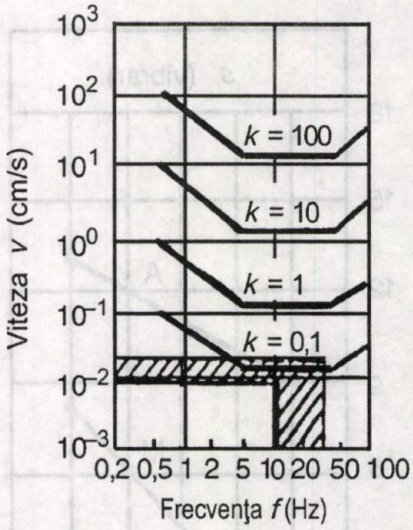


Fig. 4 Variaţia coeficientului de obosire prin vibraţiile de pe peretele clădirii

a nu se intra într-o eventuală zonă de frecvenţă proprie a clădirii.

4.4 *Influenţa intensităţii vibraţiilor asupra condiţiilor de muncă*

Se ştie că, pentru vibraţii verticale de frecvenţă 5 ... 40 Hz, efectul lor este determinat de mărimea amplitudinii vitezei [2]. În cazul de faţă, vibraţiile măsurate (tabelele 1 şi 2) sunt de frecvenţe 12,5 ... 31,7 Hz, deci parametrul perturbator relevant este amplitudinea vitezei vibraţiei, care trebuie luată în considerare la analiza efectului acesteia asupra activităţii umane.

Aprecierea efectului vibraţiilor asupra lucrului prestat de om şi modul în care omul percepe vibraţiile se face prin intermediul unui coeficient de obosire prin vibraţii K, a cărui variaţie este reprezentată în fig. 3 pentru fundaţia maşinii şi în fig. 4 pentru peretele clădirii.

Din tabelul 1 rezultă că pe fundaţia maşinii se manifestă vibraţii, având amplitudinea vitezei $v = 0{,}027 \ldots 0{,}119$ cm/s şi frecvenţa $f = 12{,}5 \ldots 31{,}7$ Hz. Aceste valori delimitează zona haşurată din fig. 3, constatându-se că haşura încadrează domeniul $K = 0{,}1 \ldots 1$.

Similar, din tabelul 2 rezultă că pe perete se manifestă vibraţii cu amplitudinea vitezei $v = 0{,}009 \ldots 0{,}028$ cm/s la aceeaşi frecvenţă $f = 12{,}5 \ldots 31{,}7$ Hz, valori care delimitează zona haşurată din fig. 4, respectiv rezultă $K = 0{,}1$.

După [2], zona perceptibilă începe la $K = 0{,}1$, continuând cu $K = 0{,}1 \ldots 0{,}3$ zona în care vibraţiile sunt perceptibile şi puţin supărătoare, dar suportabile pe durată şi, în fine, la $K = 0.3 \ldots 1$ (cazul plasării temporare a unei mese de lucru chiar pe fundaţia pulsatorului) vibraţiile devin bine perceptibile, neplăcute pe durată lungă, dar suportabile.

În tot domeniul $K = 0{,}1 \ldots 1$ vibraţiile apărute nu împiedică lucrul.

BIBLIOGRAFIE

[1] SR ISO 4965:1997 Maşini de încercat la oboseală cu forţă axială. Etalonare dinamică. Tehnica traductoarelor de deformaţie. Editura Institului Român de Standardizare, Bucureşti, 1997.

[2] *Buzdugan G.*, Măsurarea vibraţiilor mecanice. Editura Tehnică, Bucureşti, 1964.

[3] *Hann F.E.I.*, Metode şi aparate de măsurat în încercarea prin încărcare a construcţiilor. Cap. 3 din "Încercarea construcţiilor" sub redactarea acad. S. Bălan şi M. Arcan. Editura Tehnică, Bucureşti, 1965.

[4] *Hann F.E.I.*, Tensometrie electrică rezistivă. Serie de articole în "Metrologia aplicată" nr. 11/1963, nr. 3; 9; 10/1965, Editura de Stat pentru Imprimate şi Publicaţii, Bucureşti, 1965.

[5] *Fântânaru N., Burcă V.*, Efectul funcţionării pulsatorului hidraulic ZD40Pu asupra clădirii în care este montat. Materialele Conferinţei Naţionale "Comportarea in situ a construcţiilor", Braşov, 26-28 septembrie 1996, Editura Institutului de Cercetări în Construcţii şi Economia Construcţiilor, Bucureşti, 1996.

[6] SR 12025-2:1994 Efectul vibraţiilor asupra clădirilor sau părţilor din clădire. Limite admisibile. Editura Institutului Roman de Standardizare, Bucureşti, 1994.

INFORMAȚII

Al 9-lea Congres Internațional de Metrologie (18-21 octombrie, Bordeaux, Franța)

În perioada 18-21 octombrie 1999, College Métrologie du Mouvement Français pour la Qualité (MCQ) în colaborare cu Bureau National de Métrologie (BNM) – Franța și cu Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) – Germania au organizat cel de-al 9-lea Congres Internațional de Metrologie care a avut loc la Bordeaux, în parcul expozițional situat la 5 km de centrul vechi al orașului.

Lucrările congresului s-au desfășurat în cadrul a 15 sesiuni orale, 3 mese rotunde și 10 sesiuni de lucrări afișate. Această manifestare științifică a reunit în jur de 600 specialiști din circa 30 țări, care au prezentat peste 170 de comunicări științifice, ceea ce a reprezentat cu aprox. 30% mai mult decât numărul lucrărilor prezentate la congresul anterior (1997, Beçanson – Franța).

În aceeași perioadă de timp (18-21 octombrie 1999) a fost organizată o expoziție la care au participat peste 45 de mari unități economice: MATRA LANCEURS, CENTRE D'ACHEVEMENT ET D'ESSAIS DES PROPULSEURS – CAEPE, SNECMA Division SEP etc. În aceste unități, Bureau National de Métrologie (BNM) împreună cu organizația națională de acreditare Comité Français d'Accréditation (COFRAC) a autorizat/ acreditat 18 laboratoare de etalonări și peste 35 laboratoare de încercări.

Sesiunea plenară, care a deschis lucrările acestei manifestări științifice, a cuprins discursuri oficiale prezentate de reprezentanți ai orașului Bordeaux, ai College Métrologie du Mouvement Français pour la Qualité (MCQ) – Franța, al Bureau National de Métrologie (BNM) – Franța etc., și anume: Pierre Barbier – președintele comitetului organizatoric al congresului, Alain Juppé – deputat și primar al orașului Bordeaux, Christian Pierret – secretar de stat al industriilor, M. Keller și M. Erard – de la Bureau National de Métrologie – Franța.

Lucrările prezentate, atât în cadrul sesiunilor orale, în cadrul meselor rotunde, cât și în cadrul sesiunilor de postere, au pus în evidență impactul pe care metrologia teoretică și cea practică îl au în diferite domenii de activitate. Lucrările sesiunilor orale au tratat subiecte referitoare la metrologia mărimilor electrice, dimensionale, chimice, optice, incertitudine de măsurare, calitate-standardizare-acreditare, debite-presiuni, temperaturi, biologie-radiații ionizante, masă-forță.

Subiectele dezbătute în cadrul meselor rotunde au fost din domeniul metrologiei chimice, programelor europene în metrologie și instruirii profesionale, iar sesiunile de postere au tratat atât aspecte metrologice generale, cât și aspecte specifice privind incertitudinea de măsurare, presiune-masă-forță, debit, metrologie chimică, metrologie optică, temperaturi, biologie-domeniu medical, electricitate-frecvență, mărimi dimensionale.

În sprijinul metrologiei fundamentale, o serie de lucrări au evidențiat preocupări susținute în realizarea unor etaloane pentru diferite mărimi:

- A simple optical frequency standard for the materialization of the Meter: the Nd-YAG laser locked on iodine at 563 Thz, BNM-INM Franța;
- A new realization of the candela at the BNM-INM Franța;
- A new simple compact refractometer applied to measurements of air density fluctuations BNM-INM Franța;
- Single Electron Transport (SET) current standard and the measurement of small currents NMI – The Netherlands.

De asemenea, lucrări cu caracter aplicativ prezentate în cadrul sesiunilor metrologie în chimie, incertitudine de măsurare, calitate-acreditare, au tratat aspecte specifice din diferite domenii de activitate: măsurări biochimice și măsurări privind calitatea apei și a aerului, diferite interpretări ale

ISO Guide 1993: Expression of Uncertainty in Measurement şi ale ISO 5725:1994: Accuracy of Measurement Methods and Results, exemple concrete privind încercările interlaboratoare şi evaluarea incertitudinii de măsurare.

O pondere semnificativă între lucrările congresului au avut-o cele referitoare la activitatea de acreditare, standardizare şi asigurare a calităţii produselor industriale. Acest fapt a fost marcat de diversitatea tematicii abordate, şi anume: rolul laboratoarelor de metrologie într-o instituţie de cercetare-dezvoltare, utilizarea metodelor statistice şi a materialelor de referinţă în sistemul de acreditare a laboratoarelor etc.

Discuţiile purtate cu autorii lucrărilor şi cu participanţii interesaţi în problematica prezentată au condus la un schimb util de informaţii; în acest context, prezentarea lucrării "Uncertainty and Traceability in Spectrochemical Measurements" în cadrul mesei rotunde "Chemical Metrology" a condus la stabilirea unor contacte ştiinţifice cu delegaţi ai unor instituţii reprezentative din Olanda (NMI), Franţa (INM, BNM, LNE), Germania (PTB, BAM) etc.

Închiderea lucrărilor congresului a fost făcută de M. Kovalevsky, preşedinte al Bureau National de Métrologie şi al Comité International des Poids et Mesures, Paris – Franţa. Lucrările congresului au evidenţiat aspecte semnificative ale problematicii metrologiei şi au subliniat impactul pc care activitatea de metrologie îl are asupra diferitelor activităţi în cele mai variate domenii.

Ultima acţiune a acestei manifestări ştiinţifice a fost efectuarea unor vizite tehnice la unităţi economice remarcabile din oraşul Bordeaux. Ca urmare a vizitării secţiei de condiţionare uscată a fabricii de medicamente SANOFI, a laboratorului de analize fizico-chimice precum şi a laboratorului de metrologie care deserveşte această secţie, s-a constatat că activitatea de metrologie a mărimilor fizico-chimice, mecanice, presiuni, mase şi temperaturi funcţionează în bună concordanţă cu activitatea de asigurare a calităţii.

Al 9-lea Congres Internaţional de Metrologie, care, în perioada celor 15 ani trecuţi de la prima ediţie, s-a desfăşurat pentru a treia oară la Bordeaux, într-un cadru economic şi geografic deosebit, s-a dovedit o manifestare ştiinţifică de prestigiu, ce a reunit sute de specialişti pentru un schimb util de informaţii teoretice şi practice, şi a manifestat un real interes pentru o mare varietate de activităţi.

Steluţa DUŢĂ

BUDAPESTI MŰSZAKI ÉS GAZDASÁGTUDOMÁNYI EGYETEM
Műszaki Információs Központ és Könyvtár
2001

14.000 lei

INM Nr.4/2000

E8225 FF
8 000001 245198

metrologie

BUDAPESTI MŰSZAKI ÉS GAZDASÁGTUDOMÁNYI EGYETEM
Országos Műszaki Információs Központ és Könyvtár
2001

SUMMARY

PAUL DÂRVARIU: Measuring thermal energy using heat meters and distributing heating costs among the inhabitants of blocs of flats (II) 98

ELVIRA BUZAC: Electric transducers with analogic output for a.c. voltage and current measurement. Verification method 109

HORIA CHIRIAC, MARINELA TUPILATU, FLORIN-VASILE RUSU: On the design of resistive thin film transducers used for differential pressure measurements 115

CRISTIAN MOȚĂȚEANU, SABINA POPA: Information system used for the metrological surveillance of water meters in use and of the clients of the public water distribution system 118

IOAN CÎRNEANU, VICTORIȚA PĂUN: Electrochemical cells used to measure the content of dissolved oxygen in aqueous solution 121

INFORMATION

SOMMAIRE

PAUL DÂRVARIU: Le mesurage de l'énergie thermique à l'aide des compteurs et la repartition des coûts de chauffage entre les habitants des immeubles colectifs (II) 98

ELVIRA BUZAC: Capteurs électriques avec sortie analogique pour le mesurage de la tension et du courant alternatifs. Méthode de vérification 109

HORIA CHIRIAC, MARINELA TUPILATU, FLORIN-VASILE RUSU: Sur l'élaboration des plans de réalisation des capteurs résistifs à couche mince utilisés pour le mesurage de la pression différentielles 115

CRISTIAN MOȚĂȚEANU, SABINA POPA: Système informatique utilisé pour la surveillance métrologique des compteurs d'eau installés et des clients du système publique de distribution de l'eau ... 118

IOAN CÎRNEANU, VICTORIȚA PĂUN: Cellules électrochimiques utilisées pour le mesurage du contenu d'oxygène dissou dans des solution aqueuses ... 121

INFORMATIONS

REDACȚIA

INSTITUTUL NAȚIONAL DE METROLOGIE

Şos. Vitan-Bârzeşti nr. 11, sector 4, tel. 3345060/127
şi 3345520; Bucureşti; 75669

ISSN 1200-546 X

EDIȚIE REALIZATĂ SUB ÎNGRIJIREA

Editurii Tehnice

Piața Presei Libere 1, sector 1, Bucureşti, cod poştal 71341,
tel. 222.66.30, fax 224.21.64

Cererile pentru abonamente vor fi adresate Editurii Tehnice S.A., Biroul de comenzi şi desfacere, Bucureşti, str. Oteteleşeanu nr. 1, sector 1, cod poştal 70702. tel. 315.88.66
cont virament 2511.1 – 200.1 / ROL deschis la BCR sector 1.
Costul unui abonament anual este 96 000 lei.

BUDAPEST MŰSZAKI ÉS GAZDASÁGTUDOMÁNYI EGYETEM
Műszaki Információs Központ és Könyvtár
2001

METROLOGIE

Publicaţie tehnico-ştiinţifică

editată de

INSTITUTUL NAŢIONAL DE METROLOGIE

SUMAR

PAUL DÂRVARIU: Contorizarea energiei termice şi repartizarea individuală a cheltuielilor pentru încălzire la blocurile de locuinţe (II) 98

ELVIRA BUZAC: Traductoare electrice de măsurare de tensiune şi curent alternativ cu semnal de ieşire analogic. Metodă de verificare 109

HORIA CHIRIAC, MARINELA TUPILATU, FLORIN-VASILE RUSU: Aspecte privind proiectarea traductoarelor rezistive pe bază de straturi subţiri pentru măsurări diferenţiale de presiune 115

CRISTIAN MOŢĂŢEANU, SABINA POPA: Sistem informatic pentru evidenţa metrologică a contoarelor de apă şi a abonaţilor contorizaţi 118

IOAN CÎRNEANU, VICTORIŢA PĂUN: Celule electrochimice utilizate pentru determinarea instrumentală a oxigenului dizolvat din soluţii apoase .. 121

INFORMAŢII

*
* *

Colectivul de redacţie: dr. ing. Dragoş BOICIUC (*redactor responsabil adjunct*), dr. ing. Mirella BUZOIANU, dr. ing. Florin CREŢU, drd. ing. Dumitru DINU, dr. ing. Steluţa DUŢĂ, drd. ing. Sonia GAIŢĂ, prof. univ. dr. ing. Fănel IACOBESCU (*redactor responsabil*), drd. ing. George POPA drd. ing. Gelu POPOVICI, drd. ing. Mihai SIMIONESCU, drd. ing. Ionel URDEA

Secretar de redacţie: dipl. univ. Irina STAN

METROLOGIE, vol. XLVII (Serie nouă) nr. 4/2000 pag. 97–128

CONTORIZAREA ENERGIEI TERMICE ŞI REPARTIZAREA INDIVIDUALĂ A CHELTUIELILOR PENTRU ÎNCĂLZIRE LA BLOCURILE DE LOCUINŢE (II)

*Paul DÂRVARIU**)

Abstract: *In the previously published first part of the paper, the author has already put forward several technical and economical arguments in support of a national campaign for the use of heat meters and for introducing systems for the distribution of heating costs among the individual users. In this second part of the paper, the distinctive features of thermal energy distribution in Romania are presented. Based on the analysis of the uncertainty sources associated with the actual operating conditions, several alternative solutions, adapted to these conditions, are suggested.*

Résumé: *Dans la premiere partie de l'article, déja publié, l'auteur a présenté quelques arguments techniques et économiques pour mettre en mouvement une campagne nationale pour mesurer l'énergie thermique à l'aide des compteurs et pour introduire des systèmes de repartition individuele des coûts de chauffage. Dans cette deuxieme partie de l'article on présente les particularités de la distribution de l'énergie thermique en Roumanie. Basé sur l'analyse des sources d'incertitude associées à les conditions réelles de fonctionnement, on propose quelques solutions alternatives, adaptées à cettes conditions spécifiques.*

1 Introducere

După cum rezultă din cele prezentate anterior, calitatea măsurării energiei termice depinde în mod direct de performanţele tehnice şi metrologice ale debitmetrului de agent termic, perechii de senzori de temperatură şi calculatorului-integrator. În realitate, deşi foarte importante, aceste performanţe devin nesemnificative în raport cu efectele negative provocate de condiţiile concrete de utilizare a contoarelor.

2 Aspecte metrologice privind contorizarea energiei termice şi a apei calde menajere

2.1 *Energia termică livrată prin circuitele de încălzire*

2.1.1 *Măsurarea diferenţei de temperatură*

În circuitele secundare ale sistemelor de termoficare din România, energia termică se livrează la temperaturi relativ scăzute. După cum rezultă din fig. 1, peste 75% din energia termică livrată într-un an se distribuie la temperaturi exterioare de (–5...+10)°C, cărora le corespund temperaturi ale turului de (35...65)°C. În consecinţă, diferenţele de temperatură tur-retur vor avea valori foarte mici (5...10)°C, ceea ce pune probleme deosebite la măsurarea energiei termice.

În practică, situaţia este cu mult mai dezavantajoasă decât cea prezentată de diagramele teoretice. Un studiu efectuat timp de 30 de zile consecutive, la şase blocuri de locuinţe alimentate de la acelaşi punct termic, demonstrează că diferenţele de temperatură tur-retur din secundar s-au încadrat constant în intervalul (4,2...5,8)°C. În aceeaşi perioadă diferenţele de temperatură din circuitul primar au oscilat vizibil în intervalul (40...60)°C, corespunzător unei variaţii a temperaturii exterioare între –10°C şi –3°C. Curbele din figura 2 prezintă variaţia simultană, într-un interval de timp reprezentativ (34 de ore, în zilele de 26 şi 27 ianuarie 1998), a diferenţelor de temperatură primar/secundar, pentru unul din blocurile de locuinţe studiate.

O simplă analiză a celor două curbe conduce la concluzia că aceeaşi eroare de măsurare a diferenţei de temperatură provoacă în circuitul secundar erori de măsurare a energiei termice de 10 ori (!) mai mari decât în circuitul primar. La

*) Director la Direcţia de Reglementări Naţionale din cadrul Biroului Român de Metrologie Legală.

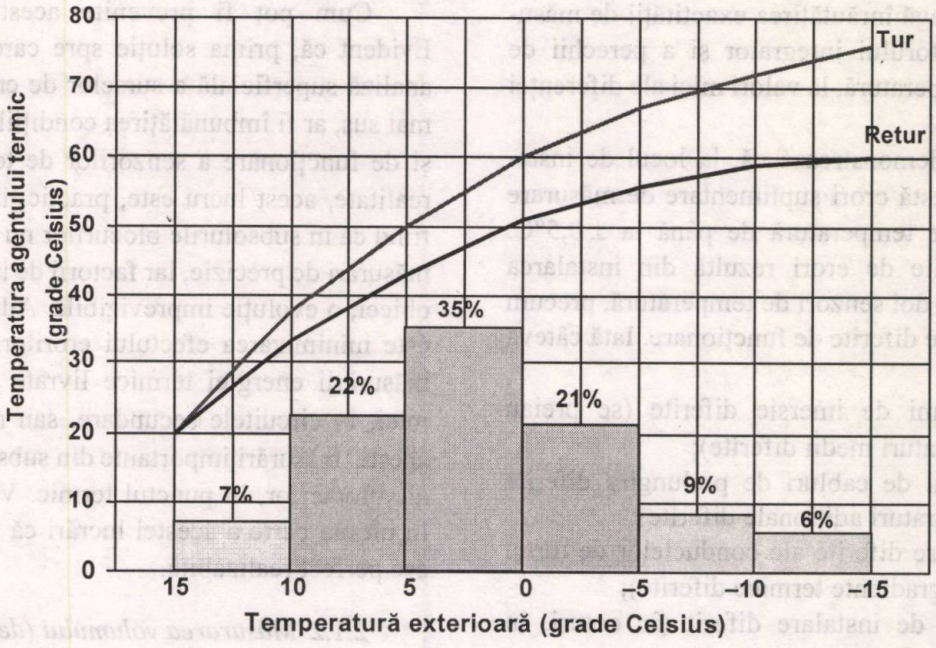


Fig. 1 Diagramă tipică de distribuţie a energiei termice în România

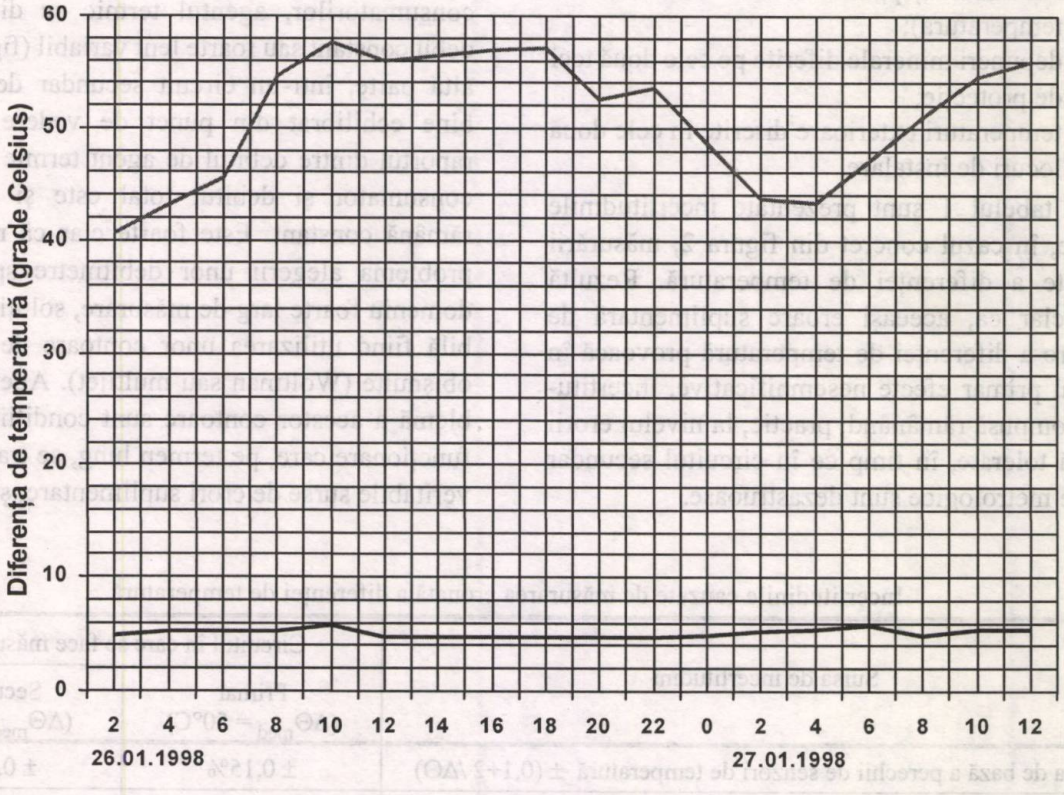


Fig. 2 Comparaţie între diferenţele de temperatură tur-retur din circuitul primar şi cel secundar al aceluiaşi sistem de termoficare

aceasta se adaugă înrăutățirea exactității de măsurare a calculatorului integrator şi a perechii de senzori de temperatură, la valori mici ale diferenței de temperatură.

Practica demonstrează că, la locul de instalare, se manifestă erori suplimentare de măsurare a diferenței de temperatură de până la ± 0,5°C. Sursele posibile de erori rezultă din instalarea diferită a celor doi senzori de temperatură, precum şi din condițiile diferite de funcționare. Iată câteva exemple:

- adâncimi de imersie diferite (se preiau temperaturi medii diferite);
- lungimi de cabluri de prelungire diferite (temperaturi adiționale diferite);
- diametre diferite ale conductelor de tur şi retur (gradiente termice diferite);
- sistem de instalare diferit (în coturi, în teuri, în manşon sudat etc.);
- izolare termică diferită a părților externe (transfer termic diferit);
- curgere diferită a agentului termic în zona activă a sondelor (curgerea turbulentă sau laminară „spală" diferit senzorul de temperatură);
- depuneri minerale diferite pe cele două teci de protecție;
- temperaturi exterioare diferite în cele două locuri de instalare.

În tabelul 1 sunt prezentate incertitudinile datorate, în cazul concret din figura 2, măsurării incorecte a diferenței de temperatură. Rezultă foarte clar că, aceeaşi eroare suplimentară de măsurare a diferenței de temperatură provoacă în circuitul primar efecte nesemnificative, incertitudinea compusă rămânând, practic, la nivelul erorii de bază tolerate, în timp ce în circuitul secundar efectele metrologice sunt dezastruoase.

Cum pot fi prevenite aceste neajunsuri? Evident că, prima soluție spre care ne trimite o analiză superficială a surselor de erori enumerate mai sus, ar fi îmbunătățirea condițiilor de instalare şi de funcționare a senzorilor de temperatură. În realitate, acest lucru este, practic, imposibil, ştiut fiind că în subsolurile blocurilor nu se pot executa măsurări de precizie, iar factorii de influență au, de obicei, o evoluție imprevizibilă. Adevărata soluție este minimizarea efectului erorilor, prin evitarea măsurării energiei termice livrate la temperaturi mici, în circuitele secundare, sau măcar mutarea acestei măsurări importante din subsolurile tehnice ale blocurilor, în punctul termic. Vom demonstra în ultima parte a acestei lucrări că această soluție ese perfect realizabilă.

2.1.2 *Măsurarea volumului (debitului) de agent termic*

Aparent, măsurarea debitului de agent termic în circuitele secundare de încălzire nu trebuie să ridice probleme deosebite, deoarece, din considerente legate de necesitatea echilibrării hidraulice a consumatorilor, agentul termic se distribuie la debit constant sau foarte lent variabil (fig. 3). Pe de altă parte, într-un circuit secundar de încălzire, bine echilibrat din punct de vedere hidraulic, raportul dintre debitul de agent termic al fiecărui consumator şi debitul total este şi trebuie să rămână constant. Este foarte clar că nu se pune problema alegerii unor debitmetre speciale, cu domeniu foarte larg de măsurare, soluția convenabilă fiind utilizarea unor contoare de apă caldă obişnuite (Woltman sau multijet). Adevărata problemă a acestor contoare sunt condițiile grele de funcționare care, pe termen lung, se transformă în veritabile surse de erori suplimentare, şi anume:

Tabelul 1

Incertitudinile cauzate de măsurarea eronată a diferenței de temperatură

Sursa de incertitudini	Circuitul în care se face măsurarea	
	Primar ($\Delta\Theta_{med}$ = 50°C)	Secundar ($\Delta\Theta_{med}$ = 5°C)
Eroarea de bază a perechii de senzori de temperatură ± (0,1+2 /ΔΘ)	± 0,15%	± 0,50%
Eroarea suplimentară datorită condițiilor de utilizare (± 0,5°C)	± 1%	± 10%
Incertitudinea compusă	**± 1,01%**	**± 10,01%**

Notă: La calculul erorii de bază s-au luat în considerare caracteristicile unui tip uzual de contor de căldură.

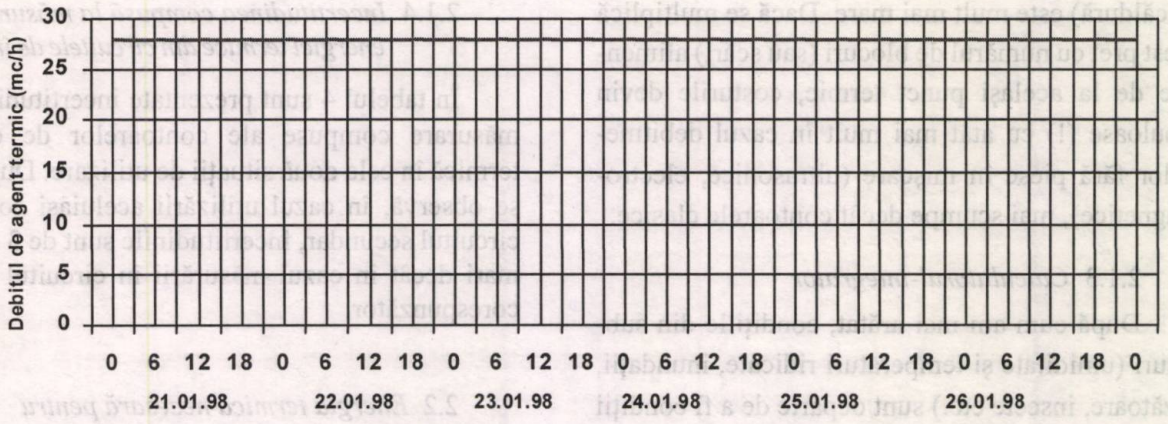


Fig. 3 Variaţia debitului de agent termic secundar la un bloc de locuinţe (Bl. 19- PT Judeţului)

– starea precară a instalaţiilor de distribuţie şi de utilizare;
– calitatea slabă a agentului termic;
– încărcarea „pe retur" a instalaţiilor;
– neglijenţa în remedierea avariilor.

Calitatea slabă a agentului termic şi a instalaţiilor provoacă apariţia depunerilor de săruri minerale pe suprafeţele interioare, uzura prin abraziune a lagărelor şi, în consecinţă, frânarea pieselor mobile ale contoarelor. Fenomenul este numit „submăsurare", fiind perceput în Germania ca o modificare progresivă a erorii de măsurare cu –1% pe an. Nu s-au făcut studii îndelungate pe contoarele instalate în România, dar având în vedere condiţiile de funcţionare mult mai grele şi intervalul normat de 3 ani între două verificări metrologice succesive, se poate estima nivelul mediu al erorii sistematice datorate „submăsurării" la –3% (2% × 3 ani : 2). La „submăsurare" se adaugă aglomerarea corpurilor străine în contoare, care provoacă blocarea acestora pe perioade a căror durată depinde de calitatea supravegherii metrologice. În cazul unei supravegheri obişnuite, ţinând seama şi de dificultăţile legate de condiţiile grele de funcţionare (subsoluri încuiate, inundate, număr mare de avarii etc.), apreciem valoarea –3% (–2 ± 1)% ca o medie statistică rezonabilă.

Din nou trebuie să remarcăm că aceste două surse de erori suplimentare se manifestă mai puţin evident în circuitele primare, unde agentul termic are calitate superioară, circuitele sunt supravegheate cu grijă, iar avariile se remediază mai atent. Tabelul 2 compară incertitudinile de măsurare ale aceluiaşi contor instalat în circuitul primar şi, respectiv secundar.

La aceste considerente metrologice trebuie să adăugăm altele, de natură economică, legate de costurile ridicate, necesare pentru modificarea instalaţiilor interioare de distribuţie, precum şi pentru întreţinerea şi supravegherea contoarelor. Tot pe linia costurilor, vom preciza că, la aceeaşi putere termică, debitul este de zece ori mai mare în secundar decât în primar, prin urmare preţul debitmetrului (cea mai scumpă piesă a contorului

Tabelul 2

Incertitudinile cauzate de măsurarea eronată a debitului de agent termic

Sursa de incertitudini	Circuitul în care se face măsurarea	
	Primar ($\Delta\Theta_{med}$ = 50°C)	Secundar ($\Delta\Theta_{med}$ = 5°C)
Eroarea de bază a debitmetrului	± 3%	± 3%
Eroarea suplimentară datorată „submăsurării"	– 1%	– 3%
Eroarea suplimentară datorată perturbaţiilor de curgere	–	± 1%
Eroarea suplimentară datorată blocării temporare a contoarelor	–	(–2,5 ± 1,5)%
Incertitudinea compusă	**(–1 ± 3)%**	**(–5,5 ± 4,6)%**

de căldură) este mult mai mare. Dacă se multiplică acest preţ cu numărul de blocuri (sau scări) alimentate de la acelaşi punct termic, costurile devin fabuloase (!) cu atât mai mult în cazul debitmetrelor fără piese în mişcare (ultrasonice, electromagnetice), mai scumpe decât contoarele clasice.

2.1.3 *Calculatorul-integrator*

După cum am mai arătat, condiţiile din subsoluri (umiditate şi temperaturi ridicate, inundaţii, rozătoare, insecte etc.) sunt departe de a fi condiţii normale de funcţionare pentru aparatele electronice de precizie. Apreciem că aceste condiţii improprii de funcţionare determină erori suplimentare ale calculatoarelor, cel puţin egale cu erorile lor de bază. Pe de altă parte, în punctele termice, condiţiile normale de funcţionare pot fi asigurate, cu unele amenajări minime, erorile suplimentare fiind nesemnificative. În tabelul 3 sunt prezentate incertitudinile de măsurare ale calculatoarelor în cele două situaţii de utilizare.

2.1.4 *Incertitudinea compusă la măsurarea energiei termice din circuitele de încălzire*

În tabelul 4 sunt prezentate incertitudinile de măsurare compuse ale contoarelor de energie termică în cele două situaţii de utilizare. După cum se observă, în cazul utilizării aceluiaşi contor în circuitul secundar, incertitudinile sunt de 3 ori mai mari decât în cazul măsurării în circuitul primar corespunzător.

2.2 *Energia termică necesară pentru prepararea apei calde menajere*

După cum am mai arătat, energia termică necesară pentru încălzirea apei calde menajere se poate măsura, la consumator prin aceeaşi metodă ca la măsurarea energiei termice din circuitele de încălzire, cu următoarele precizări:

- în locul volumului (debitului) de agent termic, se măsoară volumul de apă caldă consumat;
- temperatura turului este temperatura apei calde;

Tabelul 3

Incertitudinile cauzate de calculatorul-integrator

Sursa de incertitudini	Circuitul în care se face măsurarea	
	Primar ($\Delta\Theta_{med} = 50°C$)	Secundar ($\Delta\Theta_{med} = 5°C$)
Eroarea de bază a integratorului $\pm (0{,}3+2{,}3 / \Delta\Theta)$	± 0,35%	± 0,75%
Eroarea suplimentară datorată condiţiilor de utilizare	–	± 1,5%
Eroarea suplimentară datorată blocării temporare a integratorului	–	(–1,5 ± 0,75)%
Incertitudinea compusă	**± 0,35%**	**(–1,5 ± 2,49)%**

Notă: La calculul erorii de bază s-a luat în considerare un tip uzual de calculator-integrator.

Tabelul 4

Incertitudinea compusă

Sursa de incertitudini	Circuitul în care se face măsurarea	
	Primar ($\Delta\Theta_{med} = 50°C$)	Secundar ($\Delta\Theta_{med} = 5°C$)
Incertitudinile cauzate de măsurarea eronată a diferenţei de temperatură	± 1,01%	**± 10,01%**
Incertitudinile cauzate de măsurarea eronată a debitului de agent termic	(–1 ± 3)%	(–5,5 ± 4,6)%
Incertitudinile cauzate de calculatorul-integrator	± 0,35%	(–1,5 ± 2,49)%
Incertitudinea compusă	**(–1 ± 3,18)%**	**(–7,0 ± 11,29)%**

– temperatura returului este temperatura apei reci, măsurată la consumator.

Pe baza indicației contorului de căldură, consumatorul va plăti atât energia termică indicată, cât şi volumul de apă rece consumat pentru prepararea apei calde.

Studii aprofundate ne-au demonstrat că, într-un bloc de locuințe, cota de energie termică utilizată pentru prepararea apei calde menajere este riguros proporțională cu volumul de apă. Chiar şi într-un sistem de furnizare fără conductă de recirculare (fig. 4), curba consumului energetic specific o reproduce fidel pe cea a consumului volumetric. Fireşte, concluzia este cu atât mai valabilă în cazul existenței unei conducte de recirculare, care diminuează consumul inutil şi previne răcirea apei calde în perioadele de consum redus.

2.2.1 *Măsurarea diferenței de temperatură*

Spre deosebire de situația anterioară, diferența de temperatură va avea valori relativ ridicate (20...30)°C, ceea ce avantajează măsurarea energiei termice. Singura sursă de erori suplimentare semnificative o reprezintă modificarea valorilor temperaturii de referință, față de cea din punctul termic (fig. 5).

După cum se observă din fig. 5, variația medie a temperaturii apei reci este (+ 0,35°C). Luând în considerare diferența de temperatură medie (24,6°C), această modificare a referinței produce o eroare suplimentară medie de –1,4%,

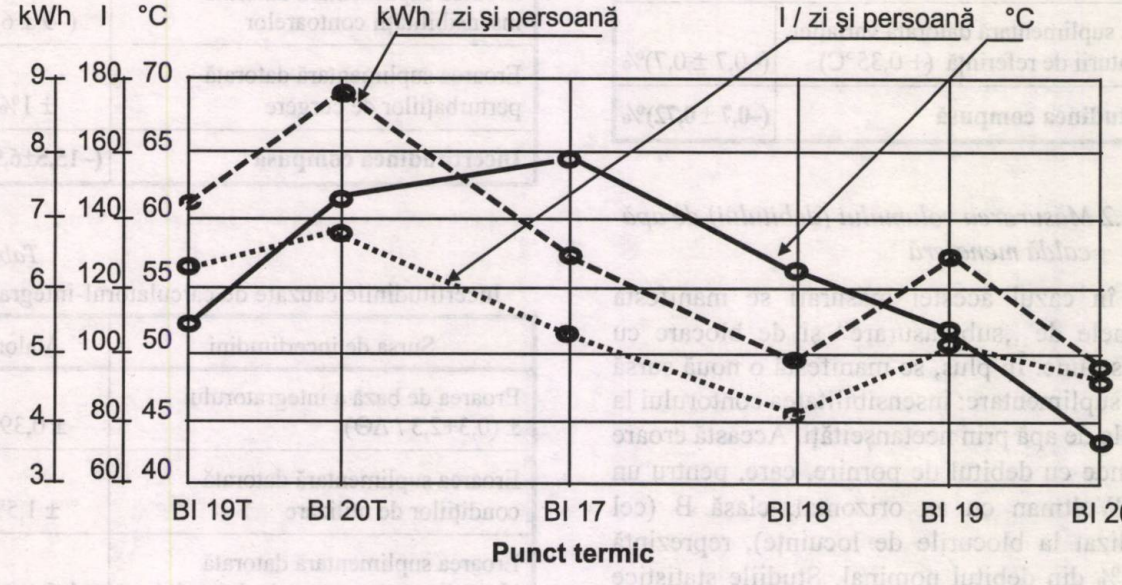


Fig. 4 Variația temperaturii şi consumurilor de apă caldă menajeră, în funcție de distanță

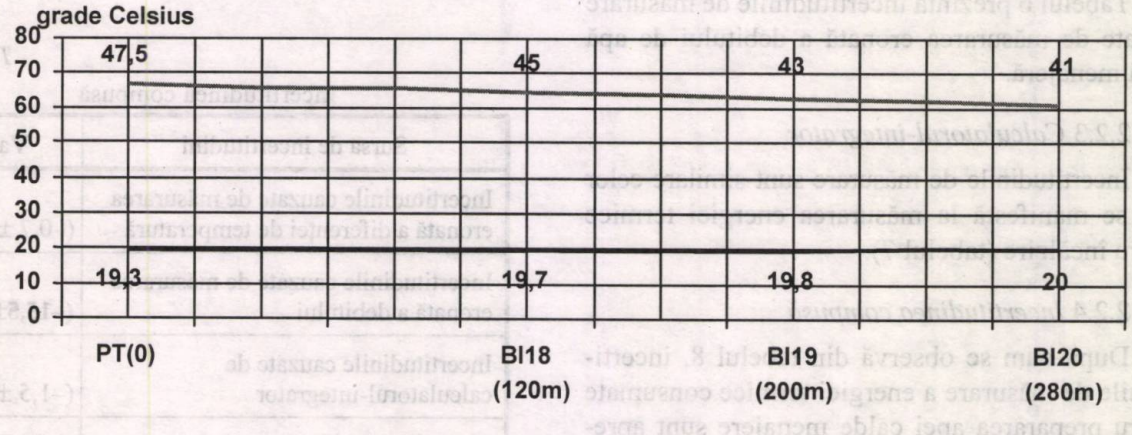


Fig. 5 Variația temperaturii apei calde şi reci, în funcție de distanța până la punctul termic (valori medii zilnice)

deoarece se diminuează corespunzător diferența de temperatură. Pentru a diminua această eroare suplimentară, singura soluție posibilă este izolarea termică a conductei de apă rece din subsolul blocului. În orice caz, eroarea este mult mai mică decât pierderile energetice cauzate de răcirea apei calde pe traseu.

În tabelul 5 sunt prezentate incertitudinile datorate, în cazul concret din figura 2, măsurării incorecte a diferenței de temperatură.

Tabelul 5

Incertitudinile cauzate de măsurarea eronată a diferenței de temperatură

Sursa de incertitudini	Valori
Eroarea de bază a perechii de senzori de temperatură ± (0,1+2 / ΔΘ)	± 0,18%
Eroarea suplimentară datorată variației temperaturii de referință (+ 0,35°C)	(–0,7 ± 0,7)%
Incertitudinea compusă	**(–0,7 ± 0,72)%**

2.2.2 *Măsurarea volumului (debitului) de apă caldă menajeră*

Și în cazul acestei măsurări se manifestă fenomenele de „submăsurare" și de blocare cu corpuri străine. În plus, se manifestă o nouă sursă de erori suplimentare: insensibilitatea contorului la scurgerile de apă prin neetanșeități. Această eroare corespunde cu debitul de pornire, care, pentru un contor Woltman cu ax orizontal, clasă B (cel mai utilizat la blocurile de locuințe), reprezintă cca. 0,5% din debitul nominal. Studiile statistice demonstrează că această importantă eroare suplimentară variază între –3% și –15%.

Tabelul 6 prezintă incertitudinile de măsurare cauzate de măsurarea eronată a debitului de apă caldă menajeră.

2.2.3 *Calculatorul-integrator*

Incertitudinile de măsurare sunt similare celor care se manifestă la măsurarea energiei termice pentru încălzire (tabelul 7).

2.2.4 *Incertitudinea compusă*

După cum se observă din tabelul 8, incertitudinile de măsurare a energiei termice consumate pentru prepararea apei calde menajere sunt apreciabile. Diminuarea lor s-ar putea realiza fie prin utilizarea unor debitmetre fără piese în mișcare și cu domeniu mare de măsurare (ultrasonice, electromagnetice etc.), mai scumpe și mai fiabile decât contoarele clasice, fie prin recurgerea la soluțiile alternative de măsurare.

Tabelul 6

Incertitudinile cauzate de măsurarea eronată a debitului de apă caldă

Sursa de incertitudini	Valori
Eroarea de bază a debitmetrului	± 3%
Eroarea suplimentară datorată „submăsurării"	– 3%
Eroarea suplimentară datorată blocării temporare a contoarelor	(–2,5 ± 1,5)%
Eroarea suplimentară datorată insensibilității contoarelor	(–9 ± 6)%
Eroarea suplimentară datorată perturbațiilor de curgere	± 1%
Incertitudinea compusă	**(–15,5±6,94)%**

Tabelul 7

Incertitudinile cauzate de calculatorul-integrator

Sursa de incertitudini	Valori
Eroarea de bază a integratorului ± (0,3+2,3 / ΔΘ)	± 0,39%
Eroarea suplimentară datorată condițiilor de utilizare	± 1,5%
Eroarea suplimentară datorată blocării temporare a calculatorului	(–1,5 ± 0,75)%
Incertitudinea compusă	**(–1,5 ± 1,72)%**

Tabelul 8

Incertitudinea compusă

Sursa de incertitudini	Valori
Incertitudinile cauzate de măsurarea eronată a diferenței de temperatură	(–0,7 ± 0,72)%
Incertitudinile cauzate de măsurarea eronată a debitului	**(–15,5±6,94)%**
Incertitudinile cauzate de calculatorul-integrator	(–1,5 ± 1,72)%
Incertitudinea compusă	**(–16,7±7,2)%**

3 Soluții alternative

Soluția alternativă pe care o vom prezenta în continuare se referă la un sistem complex de măsurare și de prelucrare a informațiilor, bazat pe măsurarea foarte precisă, în punctul termic, a energiei livrate, pe determinarea și monitorizarea continuă a randamentului energetic al distribuției din secundar și pe repartizarea riguroasă a cheltuielilor de încălzire aferente fiecărui apartament. În fond, acest sistem realizează contorizarea individuală a energiei termice, fără a recurge la lucrări complicate și costisitoare în subsolurile blocurilor. El se bazează pe urmatoarele observații esențiale:

- există condiții corespunzătoare pentru măsurarea foarte exactă a energiei termice livrate la ieșirea din punctul termic;
- energia termică și volumului de apă caldă menajeră se pot măsura în subsolurile tehnice ale blocurilor de locuințe numai cu incertitudini inacceptabile în relațiile comerciale, mai ales din punctul de vedere al furnizorului, care va constata că bilanțurile nu se închid niciodată; totuși, la nivelul branșamentelor de bloc se pot obține două informații suficient de exacte pentru determinarea randamentului distribuției de energie în circuitul secundar: diferența de temperatură (pentru încălzire) și volumul cumulat (pentru apa caldă menajeră);
- randamentul energetic al distribuției de căldură este un parametru care trebuie să se reflecte în mod egal în facturile tuturor locatarilor din imobilele racordate, indiferent de poziția acestora față de punctul termic;
- problema contorizării energiei termice la blocurile de locuințe nu poate fi despărțită de cea a repartizării costurilor, singura în măsură să modifice comportamentul energetic al locatarilor și furnizorilor.

Soluția completă de contorizare, monitorizare și repartizare (fig. 6) se referă la întregul ansamblu *punct termic – distribuție – consumatori*, considerându-l un sistem coerent, cu o singură intrare a energiei (de la sistemul centralizat de termoficare) și cu mai multe ieșiri (apartamentele alimentate de la punctul termic). Deși în interiorul sistemului se execută permanent măsurări intermediare și circulă informații privind aceste măsurări, finalitatea procesului o reprezintă emiterea facturilor individuale lunare de încălzire și apă caldă menajeră, pentru fiecare familie, în funcție de consumurile sale reale. După cum vom vedea în continuare, această soluție deplasează centrul de greutate al măsurării în zonele cele mai importante ale tranzacției: în punctul termic, unde există condiții pentru realizarea unor măsurări de bună calitate și în apartamentele locatarilor, unde se personalizează consumurile și se instituie un nou comportament energetic al locatarilor.

Mijloacele de măsurare cele mai importante sunt contoarele de energie termică (1) și (2), instalate în punctul termic, în circuitul secundar de distribuție. Ele măsoară consumul energetic lunar pentru încălzire (E_T) și, respectiv, pentru prepararea apei calde menajere (E_A). Pentru a reduce la maximum incertitudinile de măsurare, debitmetrele (3) și (4) sunt de bună calitate, fără piese în mișcare. Măsurarea diferenței de temperatură ($\Delta\Theta$) în circuitul de încălzire trebuie să se execute cu acuratețe deosebită (instalarea îngrijită a perechilor de senzori, dublarea sau chiar triplarea lor, în scopul diminuării erorilor aleatoare etc.). Tot în circuitul de încălzire se instalează, pe conducta de retur, debitmetrul (5), destinat să detecteze pierderile de agent termic din circuitul secundar, prin compararea permanentă cu debitul măsurat de debitmetrul (3). Când aceste pierderi depășesc un prag programat, se transmite un mesaj de alarmă calculatorului (6), printr-un modem inclus în calculatorul contorului (1). Precizăm că, în cazul existenței unei conducte de recirculare a apei calde menajere, este necesar un debitmetru suplimentar, instalat pe această conductă, care să transmită informații de măsurare calculatorului contorului (2). Pentru simplificare, acest debitmetru nu este reprezentat în figura 6.

În varianta completă, contorul de energie termică (7), instalat în circuitul primar, nu este utilizat la facturare, dar furnizează informații necesare cu privire la randamentele schimbătoarelor de căldură și la tranzacția cu furnizorul de agent termic primar.

Contoarele (8) nu sunt contoare propriuzise, dar sunt aparate foarte importante pentru determinarea randamentului termic al distribuției de energie termică în circuitul secundar. De fapt, cu ajutorul acestor contoare „convenționale" se determină foarte exact pierderile de căldură în canalele de distanță. Ele calculează o energie „convențională", pe baza diferenței de temperatură măsurate cu o pereche de senzori obisnuiți

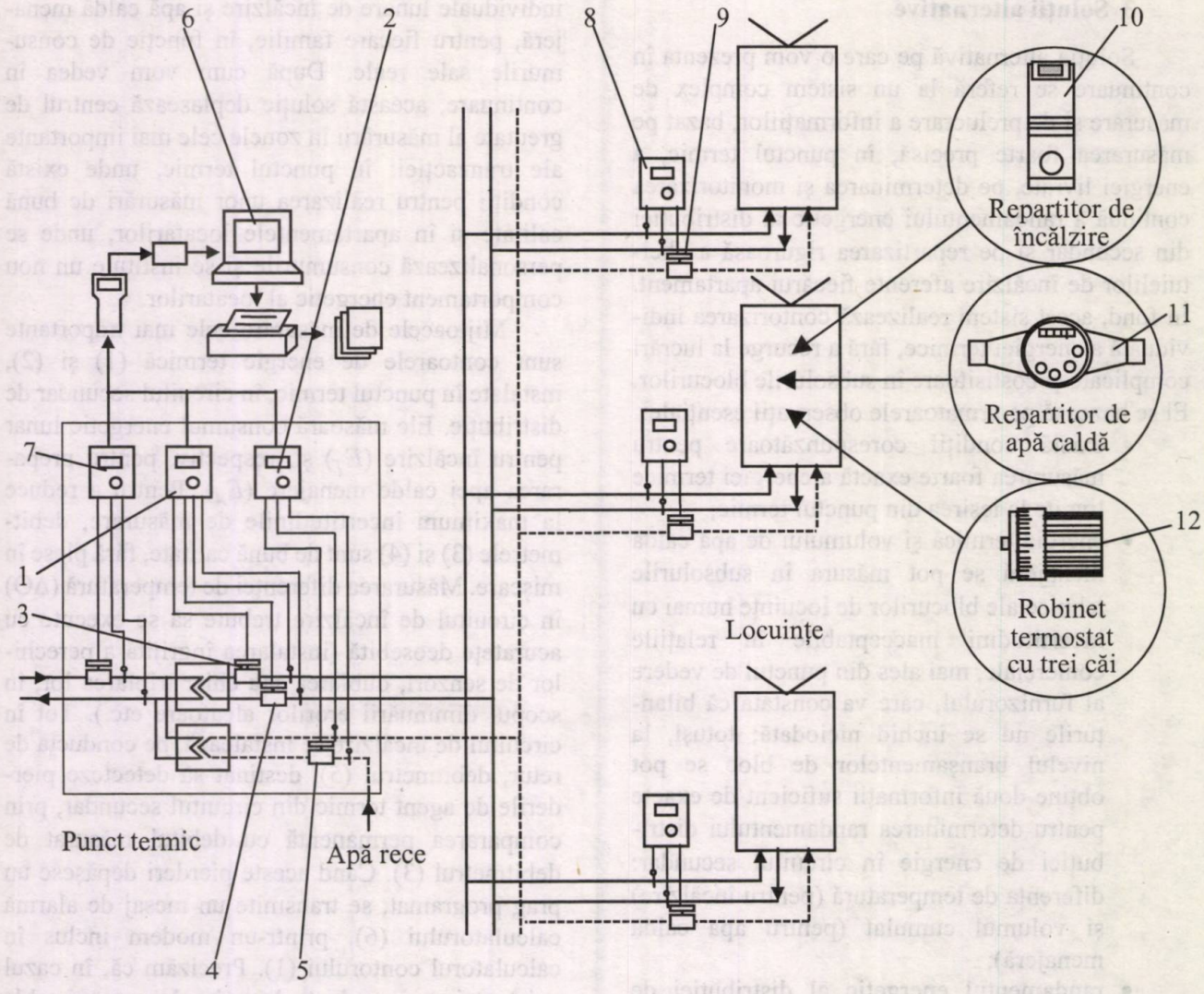


Fig. 6 Sistemul complet de contorizare, monitorizare şi repartizare a cheltuielior

($\Delta\Theta_i$) şi pe baza „simulării" interne a debitului de agent termic. În cazul concret al unui bloc de locuinţe, acest debit simulat (Q_i) poate fi, într-o primă instanţă, cel măsurat cu un echipament portabil, la echilibrarea hidraulică a sistemului, sau chiar debitul determinat teoretic, conform normelor de proiectare. Pentru calculul corect al randamentului, la etalonarea integratoarelor (8), trebuie îndeplinită o singură condiţie:

$$\Sigma Q_i = Q,$$

unde Q este debitul de regim, măsurat cu debitmetrul (3) la etalonarea sistemului, sau:

$$\Sigma V_{Ti} = V_T,$$

unde V_{Ti} şi, respectiv, V_T sunt volumele lunare ale agentului termic, corespunzătoare debitelor Q_i şi Q.

Întrucât, în practică, volumele (V_T; ΣV_{Ti}) pot înregistra valori (V_{TR}; ΣV_{TRi}), diferite de cele iniţiale, sistemul va calcula automat, pentru fiecare lună, un factor de corecţie K_T:

$$K_T = V_{TR} / \Sigma V_{TRi}.$$

Precizăm că valorile diferite (V_{TR}; ΣV_{TRi}) pot apărea, de exemplu, din cauza schimbării regimului hidraulic al distribuţiei sau chiar din cauza blocării temporare a integratoarelor (8). Evident că, dacă factorul K_T depăşeşte un prag programat, integratoarele (8) trebuiesc reetalonate.

Se poate demonstra foarte uşor că randamentul distribuţiei de energie termică pentru încălzire este:

$$\eta_T = (\Sigma V_{Ti} \times \Delta\Theta_i) / V_T \times \Delta\Theta = K_T \times (\Sigma E_{Ti} / E_T),$$

unde E_{Ti} şi E_T sunt consumurile energetice lunare indicate de integratoarele (8) şi (1).

Randamentul distribuţiei de energie termică pentru apă caldă menajeră se calculează cu relaţia:

$$\eta_A = V_{Ai} / V_A,$$

în care V_{Ai} şi, respectiv, V_A sunt volumele lunare indicate de integratoarele (8) şi (2), pe baza debitelor măsurate de debitmetrele (9) şi, respectiv, (4).

Vom vedea în continuare că determinarea, prin această metodă, a randamentului distribuţiei nu este afectată decisiv de incertitudinile aleatoare ale măsurărilor din subsolurile tehnice (diferenţele de temperatură şi volumele de apă caldă menajeră), deoarece acestea se diminuează sensibil, prin compunere, datorită numărului mare de puncte de măsurare.

Repartizarea individuală a cheltuielilor pentru încălzire şi apă caldă menajeră se execută pe baza indicaţiilor colectate periodic de la repartitoarele (10) şi (11), care echipează toţi consumatorii din apartamente.

Radiatoarele sunt echipate cu robineţi cu trei căi, termostataţi (12), care pot regla consumul local, fără dezechilibrarea hidraulică a sistemului.

Un sistem informatic adecvat corelează toate măsurările executate şi emite notele de plată. Sistemul informatic îndeplineşte şi funcţia de supraveghere, semnalând eventualele anomalii constatate în urma comparării valorilor curente cu cele prestabilite, precum şi cu cele măsurate în perioadele similare anterioare.

Pentru un consumator individual *j*, consumul facturat de energie termică (e_j) va fi:

$$e_j = \eta_T \times E_T \times r_j + \eta_A \times E_A \times (c_j / \Sigma c_j),$$

unde:

- r_j este indicele de repartizare al consumatorului *j*, calculat de sistemul informatic pe baza indicaţiilor repartitoarelor de încălzire (10),
- c_j este suma consumurilor indicate de toate repartitoarele de apă caldă (11) ale consumatorului *j*,
- Σc_j este suma consumurilor indicate de toate repartitoarele de apă caldă (11) ale tuturor consumatorilor alimentaţi din punctul termic.

Similar, consumul facturat de apă rece, necesară pentru apa caldă alocată consumatorului *j*, (v_j) va fi:

$$v_j = \eta_A \times V_A \times (c_j / c_j).$$

Soluţia prezentată în figura 6 este o soluţie maximală. Ea poate fi simplificată astfel:

a) Varianta intermediară.

Se poate renunţa la contoarele „convenţionale" de energie termică (8) şi la contoarele de apă caldă (9). Această simplificare reduce substanţial costurile contorizării la blocuri, dar prezintă dezavantajul că randamentele distribuţiei nu se determină „*on line*", ci pe bază de estimări teoretice sau prin raportarea la normative. Din păcate, această soluţie nu stimulează distribuitorul să-şi diminueze pierderile.

b) Varianta minimală.

Faţă de varianta anterioară, se renunţă la contorul de energie termică (1), facturarea efectuându-se prin repartizarea individuală a consumurilor lunare indicate de contorul din circuitul primar (7) şi contorul (2) din circuitul secundar şi prin luarea în considerare a randamentelor teoretice (atât pentru schimbătoarele de căldură cât şi pentru distribuţie).

Aceste două variante simplificate sunt relativ uşor de realizat şi pot fi adoptate ca etape iniţiale într-un eventual program de contorizare.

Observăm că, din niciuna dintre variante nu trebuie să lipsească repartitoarele individuale de încălzire şi de apă caldă menajeră, precum şi robineţii de reglaj, echipamente absolut necesare pentru realizarea unor tranzacţii echitabile şi pentru modificarea comportamentului energetic al consumatorilor.

4 Incertitudinile specifice soluţiei complete de contorizare

4.1 *La măsurarea energiei termice livrate prin circuitele de încălzire* (tabelul 9)

Tabelul 9

Incertitudinile de măsurare a energiei termice pentru încălzire

Sursa de incertitudini	Valori
Eroarea de bază a perechii de senzori de temperatură $\pm (0{,}1 + 2 / \Delta\Theta)$	± 0,50%
Eroarea suplimentară datorată valorilor mici ale lui $\Delta\Theta$	± 1,50%
Eroarea de bază a debitmetrului	± 0,50%
Eroarea de bază a integratorului $\pm (0{,}3 + 2{,}3 / \Delta\Theta)$	± 0,75%
Incertitudinea compusă	**± 1,82%**

4.2 *La măsurarea energiei termice livrate prin apa caldă menajeră* (tabelul 10)

Tabelul 10

Incertitudinile de măsurare a energiei termice pentru apă caldă menajeră

Sursa de incertitudini	Valori
Eroarea de bază a perechilor de senzori de temperatură ± (0,1+2 / ΔΘ)	± 0,18%
Eroarea de bază a debitmetrului	± 0,50%
Eroarea de bază a integratorului ± (0,3 + 2,3 / ΔΘ)	± 0,39%
Incertitudinea compusă	**± 0,66%**

4.3 *La determinarea randamentului distribuţiei energiei termice livrate prin circuitele de încălzire* (tabelul 11)

Tabelul 11

Incertitudinile de determinare a randamentului termic al distribuţiei de încălzire

Sursa de incertitudini	Valori
Eroarea de bază a perechilor de senzori de temperatură ± (0,1+2 / ΔΘ) / 3	± 0,17%
Eroarea suplimentară datorată valorilor mici ale lui ΔΘ	± 3,33%
Eroarea de bază a debitmetrului	± 0,5%
Eroarea de bază a integratoarelor ± (0,3 + 2,3 / ΔΘ) / 3	± 0,25%
Eroarea suplimentară datorată condiţiilor de utilizare a integratoarelor	± 0,5%
Incertitudinea compusă	**± 3,42%**

4.4 *La determinarea randamentului distribuţiei energiei termice livrate prin circuitele de apă caldă* (tabelul 12)

Tabelul 12

Incertitudinile de determinare a randamentului termic al distribuţiei de apă caldă

Sursa de incertitudini	Valori
Eroarea de bază a debitmetrului din punctul termic	± 0,50%
Eroarea de bază, rezultantă a debitmetrelor de branşament	± 0,33%
Incertitudinea compusă	**± 0,60%**

Aceste incertitudini s-au determinat în ipoteza echipării branşamentelor de la blocuri cu debitmetre de apă caldă ultrasonice, cu interval mare de debit şi cu exactitate medie (± 1%). În cazul utilizării contoarelor mecanice, incertitudinile cresc substanţial, din cauza „submăsurării" şi blocării temporare a pieselor mobile.

Concluzii

1. Distribuirea corectă a costurilor termoficării este o problemă cu mare impact economic, social şi politic;

2. Contorizarea şi repartizarea individuală a cheltuielilor de încălzire, dublate de educaţia sistematică a populaţiei în cultul economiei şi echităţii, sunt singurele soluţii de combatere a supraconsumului şi de instituire a unor relaţii corecte între furnizori şi consumatori;

3. Deşi contorizarea şi repartizarea cheltuielilor necesită un mare potenţial financiar, ele pot produce beneficii semnificative şi imediate;

4. Tratarea metrologică a repartitoarelor trebuie să fie diferită de cea a contoarelor utilizate în facturări;

5. Contorizarea şi repartizarea obligă la o mentenanţă calificată şi permanentă, deoarece „blocarea" contoarelor şi repartitoarelor poate compromite definitiv şi irevocabil ideea de măsurare a energiei termice;

BIBLIOGRAFIE

[1] *Adunka, F.*, Warmemessung, Vulkan-Verlag, 1984

[2] *Adunka, F.*, Bericht uber das Forschungsprojekt Wärmeableitfehler und Temperaturverteilung in Rohrleitungen, 1988

[3] *Eckert, Hans Dietrich*, Warmezahler-Handbuch, VWEW, 1994

[4] *Moţit, Horia Mihai*, Reglementări internaţionale şi interne privind contoarele de apă, energie termică şi gaze combustibile (III), Instalatorul anul IV, 1/1996 p. 29-34

[5] OIML R 75-1988 – Heat meters

[6] EN 1434 /1,2,3,4,5,6 – Heat meters

[7] *Hansruedi Lingg* – Wie die Wahl des Wärmezählerparks die Ökonomie des Fernwärmeunternehmens beeinflußt, *Euroheat & Power Jg. 24 (1995)*

[8] Office federal de l'energie – Planification et realisation du decompte individuel des frais de chauffage (DIFC) avec etude exemplaire. Ed. Office federal de l'energie, Berne, Octobre, 1992

[9] Office federal de l'energie – Groupe de travail locataires-bailleurs – Modele de decompte individuel des frais de chauffage et d'eau chaude DIFC. Ed. Office federal de l'energie, Berne, Fevrier 1993

[10] *P. Dârvariu*, Instalaţie de măsurare a energiei termice – Brevet de invenţie 112216 B1

[11] *P. Dârvariu*, Contor de energie termică – Brevet de invenţie 114831 B

TRADUCTOARE ELECTRICE DE MĂSURARE DE TENSIUNE ŞI CURENT ALTERNATIV CU SEMNAL DE IEŞIRE ANALOGIC
Metodă de verificare

Elvira BUZAC[*)]

Abstract: *The paper reviews first shortly the electric transducers with analogic output used to measure a.c. voltage and current and presents the verification method, discussing the determining of the basic accuracy and pointing out the reference conditions which are to be met, the conditions that are required in order to put them into operation and to provide thermal stability, as well as the circuits and reference standards used for their metrological verification.*

Résumé: *L'article passe brèvement en revue d'abord les capteurs électriques avec sortie analogique pour le mesurage de la tension et du courant alternatifs et présente la méthode de vérification, en discutant la détermination de l'exactitude fondamentale et en soulignant les conditions de référence qu'on doit accomplir, les conditions préalables pour leur mettre en fonction et pour assurer la stabilité thermique, aussi que les circuits et les étalons de référence pour la vérification métrologique.*

Traductoarele electrice de măsurare a tensiunii şi curentului alternativ se utilizează în instalaţii de automatizare, cum ar fi, de exemplu, cele destinate pentru reglarea şi supravegherea locală sau la distanţă în procesul de producere, transport şi distribuţie a energiei electrice.

Aceste aparate convertesc mărimea electrică alternativă de intrare (tensiune, curent), preluată direct sau prin intermediul unor elemente primare de transformare, într-un semnal de ieşire continuu (tensiune, curent) analogic.

Frecvenţa mărimii de intrare este cuprinsă în intervalul (15...1500)Hz, însă majoritatea aplicaţiilor se referă la frecvenţa industrială (50 Hz).

Din punct de vedere electric traductoarele sunt constituite din următoarele blocuri funcţionale: circuite de intrare cu transformatoare de măsură, circuite specifice tipului de traductor, filtru de netezire, circuite universale de ieşire şi circuite de alimentare (fig.1).

De regulă, intrarea în traductor nu se face direct, ci prin intermediul unor elemente auxiliare standardizate ca transformatoare de curent sau transformatoare de tensiune pentru mărimile alternative.

Există şi variante constructive de traductoare electrice pentru măsurarea tensiunii şi curentului alternativ la care alimentarea schemei electrice se realizează direct din semnalul de măsurat [1].

Tensiunea de alimentare auxiliară este o mărime de influenţă, care trebuie specificată în documentaţia tehnică a aparatului [2].

Traductoarele sunt asamblate într-o carcasă electroizolantă, prevăzută cu două şiruri de borne.

Dacă traductorul nu are carcasa construită din material electroizolant, aceasta trebuie să fie prevăzută obligatoriu cu borna de punere la pământ, inscripţionată conform *CEI 60688 – 1992 Amendement 1 1997-10* [3].

Clasificarea traductoarelor electrice de măsurare a tensiunii şi curentului alternativ se poate face după principiul de funcţionare:

- cu compensare de cuplu;
- cu redresare şi filtrare;
- cu calculul valorii efective;

după natura semnalului de ieşire:

- semnal analogic;
- semnal numeric;

după numărul elementelor de măsurare:

- cu un singur element de măsurare;
- cu mai multe elmente de măsurare;

*) Institutul Naţional de Metrologie, şos. Vitan Bârzeşti nr. 11, sector 4, Bucureşti.

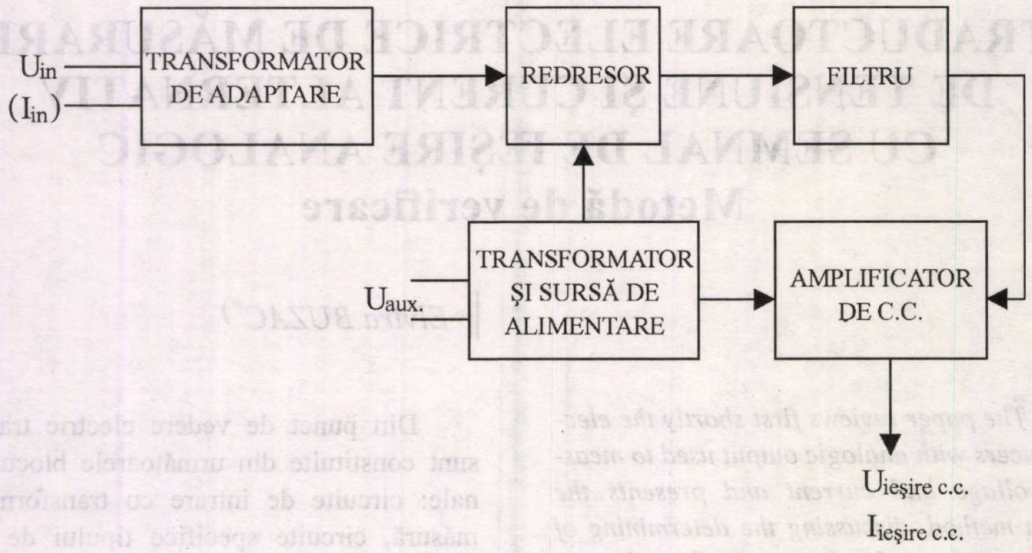


Fig. 1 Traductor electric de tensiune şi curent alternativ – schema bloc

după valoarea mărimii de ieşire (Y):

- cu zero decalat ($Y \neq 0$; $Y = Y_1$ când $X = 0$, fig. 4 **c**, **d**); X: mărimea de intrare (măsurandul);
- cu zero suprimat ($Y = 0$ când $X \neq 0$; $X = X_1$, fig. 4 **b**);

după natura sarcinii la bornele de ieşire:

- cu sarcină fixă;
- cu sarcină variabilă.

Rezistenţa de sarcină, pe care pot lucra traductoarele de mărimi electrice variază în funcţie de tipul semnalului de ieşire şi ecartul de variaţie al acestuia.

Verificarea metrologică a traductoarelor electrice de măsurare a tensiunii şi curentului alternativ cu semnal de ieşire analogic se efectuează în condiţii de referinţă [2].

Condiţiile de referinţă referitoare la mărimile de influenţă şi abaterile admise sunt specificate în tabelul 1.

Eroarea de bază, determinată în condiţii de referinţă [4], nu trebuie să depăşească valoarea maximă tolerată, specificată în documentaţia tehnică.

Eroarea de bază se va stabili după îndeplinirea condiţiilor de pregătire a aparatului în vederea verificării metrologice [2].

Traductoarele echipate cu dispozitiv de reglaj accesibil utilizatorului trebuie să fie reglate după instrucţiunile date de constructor în cartea tehnică.

Relaţia între valorile limită ale erorii de bază, exprimată în procente din valoarea convenţională şi indicele de clasă [2], este dată în tabelul 3.

În vederea verificării metrologice a traductoarelor electrice de măsurare a tensiunii şi curentului alternativ se va utiliza un montaj ca în fig. 2 sau fig. 3, în funcţie de tipul traductorului.

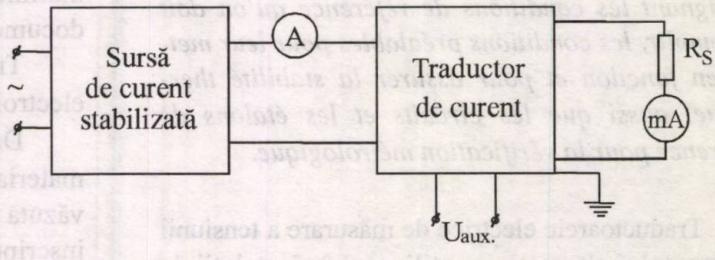


Fig. 2 Montaj de verificare a traductorului de curent alternativ

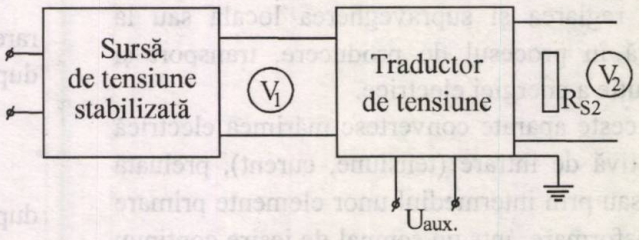


Fig. 3 Montaj de verificare a traductorului de tensiune alternativă

R_{S1} – rezistenţă de sarcină (semnalul de ieşire este un curent continuu);
R_{S2} – rezistenţă de sarcină (semnalul de ieşire este o tensiune continuă);
A – ampermetru etalon de curent alternativ;
mA – miliampermetru etalon de curent continuu;
V_1 – voltmetru etalon de curent alternativ;
V_2 – voltmetru etalon de curent continuu.

Tabelul 1

Condiţiile de referinţă referitoare la mărimile de influenţă şi abaterile admise pentru încercări

Mărimea de influenţă	Condiţii de referinţă în lipsa altor specificaţii	Abaterile admise pentru încercări în cazul în care valoarea de referinţă este specificată (nota 1)
Temperatura ambiantă Grupa de utilizare I II III	conform indicaţiilor 20, 23 sau 27°C (nota 2) 15...30°C 0...45°C	 ± 1°C – –
Frecvenţa mărimii de intrare – insensibile la frecvenţă	Valoarea nominală	± 2%
– sensibile la frecvenţă	conform indicaţiilor	± 2%
Forma de undă a mărimii de intrare	Sinusoidală	Factorul de distorsiune × 100 nu trebuie să depăşească indicele de clasă, dacă nu există alte indicaţii date de constructor
Sarcina de ieşire (*) – traductoare cu sarcină de ieşire fixă	Valoarea nominală	± 1%
– traductoare cu sarcină de ieşire variabilă	Valoarea medie a intervalului nominal	± 1%
Alimentare auxiliară – tensiune c.a.	Valoarea nominală	± 2%
– tensiune c.c.	Valoarea nominală	± 1%
– frecvenţa	Valoarea nominală	± 1%
– factor de distorsiune	0,05	–
Câmp magnetic de origine exterioară	Nul	40 A/m cea mai apropiată valoare de valoarea max. a câmpului magnetic terestru

(*) Pentru traductoarele cu ieşire în semnal de curent se va avea grijă ca circuitul de ieşire să fie închis pe rezistenţa de sarcină, înainte de alimentarea traductorului, iar pentru cele cu ieşire în tensiune se va evita scurtcircuitarea pe ieşire.

nota 1: când este indicat un interval de referinţă nu este admisă nici o abatere.

nota 2: aceste valori sunt date în CEI 160.

Tabelul 2

Condiţii prealabile de punere în funcţiune

Condiţii	Valori
– tensiunea de alimentare auxiliară	Valoarea nominală
– curentul	Valoarea nominală
– frecvenţa	Valoarea de referinţă
– durata minimă între punerea în funcţiune şi momentul determinării erorilor	30 minute

Tabelul 3

Relaţia între valorile limită ale erorii de bază, exprimată în procente din valoarea convenţională şi indicele de clasă

Indice de clasa	0,1	0,2	0,5	1
Limitele erorii	± 0,1%	± 0,2%	± 0,5%	± 1%

Determinările se vor efectua după perioada necesară atingerii stabilităţii termice, în condiţiile din tabelul 2.

Rezistenţa de sarcină pe care pot lucra traductoarele de mărimi electrice variază în funcţie de tipul semnalului unificat şi ecartul de variaţie al acestuia.

De regulă, pentru semnalul unificat de curent, se întâlnesc următoarele valori:

R_S = (0...6) kΩ pentru ecart I_e = 5 mA

R_S = (0...3) kΩ pentru ecart I_e = 10 mA

R_S = (0...600) Ω pentru ecart I_e = 20 mA

iar pentru semnalul unificat de tensiune $R_S \geq 2$ kΩ asigură neperturbarea de către sarcină a tensiunii de ieşire.

Etaloanele utilizate pentru verificarea traductoarelor electrice de tensiune şi curent alternativ cu semnal de ieşire analogic se aleg astfel încât raportul dintre eroarea tolerată a etalonului şi eroarea tolerată a aparatului care se verifică să fie de 1/3...1/5 sau mai mic.

Stabilirea erorii de bază a aparatului se efectuează ridicând caracteristica:

$$I_{ieş} = f(I_{intrare}) \text{ sau } U_{ieş} = f(I_{intrare})$$

la traductoarele de curent şi

$$I_{ieş} = f(U_{intrare}) \text{ sau } U_{ieş} = f(U_{intrare})$$

la traductoarele de tensiune.

Eroarea de bază se determină în cel puţin 5 puncte ale intervalului de măsurare. Repartiţia şi numărul punctelor de verificare trebuie să corespundă exactităţii necesare şi formei caracteristicii statice de evaluat (fig. 4).

Eroarea de bază se determină aplicând la intrarea traductorului un semnal de (0; 25; 50; 75 şi 100)% din valoarea maximă a intervalului de măsurare, în sens crescător şi descrescător şi măsurând semnalul de ieşire. Apropierea de punctul ales pentru verificare trebuie să se facă lent, fără a schimba sensul, iar viteza de variaţie a semnalului de intrare trebuie să fie astfel încât la ieşire să nu aibă loc salturi. Măsurarea se repetă de trei ori.

Pentru traductoarele electrice de măsurare de curent şi tensiune, eroarea se calculează cu relaţia:

$$e(\%) = \frac{Y_m - Y_t}{Y_c} \times 100 \qquad (1)$$

în care, pentru acelaşi punct de măsurare:

Y_m – valoarea măsurată a semnalului de ieşire

Y_a – valoarea teoretic calculată a semnalului de ieşire

Y_c – valoarea convenţională, care poate fi:

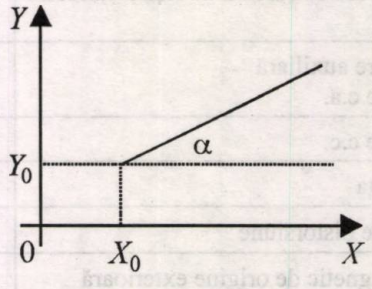
a) valoarea nominală superioară a semnalului de ieşire, Y_{max}, atunci când valoarea nominală inferioară este $Y_{min} = 0$;

b) intervalul de ieşire care reprezintă diferenţa algebrică dintre valoarea nominală superioară şi valoarea nominală inferioară a semnalului de ieşire, $Y_{max} - Y_{min}$.

Expresia analitică generală pentru calcularea valorii teoretice a semnalului de ieşire, în conformitate cu ipoteza de liniaritate, este:

$$Y_t = k(X - X_0) + Y_0 \qquad (2)$$

$$k = \text{tg}\,\alpha$$



în care X_0 şi Y_0 pot lua diverse valori, inclusiv zero.

Notă: În general dependenţa între mărimea de intrare şi semnalul de ieşire este liniară, dar se întâlnesc şi situaţii (traductoare folosite pentru supraveghere) în care caracteristica statică este neliniară, cum este cazul din fig. 4 **h** (de exemplu, traductoarele electrice de curent şi tensiune sinusoidală al căror curent de ieşire depinde de pătratul valorii efective).

În cazul traductoarelor electrice de măsurare a tensiunii şi curentului alternativ destinate să lucreze în condiţii de mediu deosebite, se pot face următoarele precizări: de regulă, aceste traductoare sunt echipate cu un dispozitiv de reglaj, care conferă utilizatorului posibilitatea de a obţine valoarea nominală a semnalului de ieşire, corespunzător unei game de valori pentru mărimea de intrare.

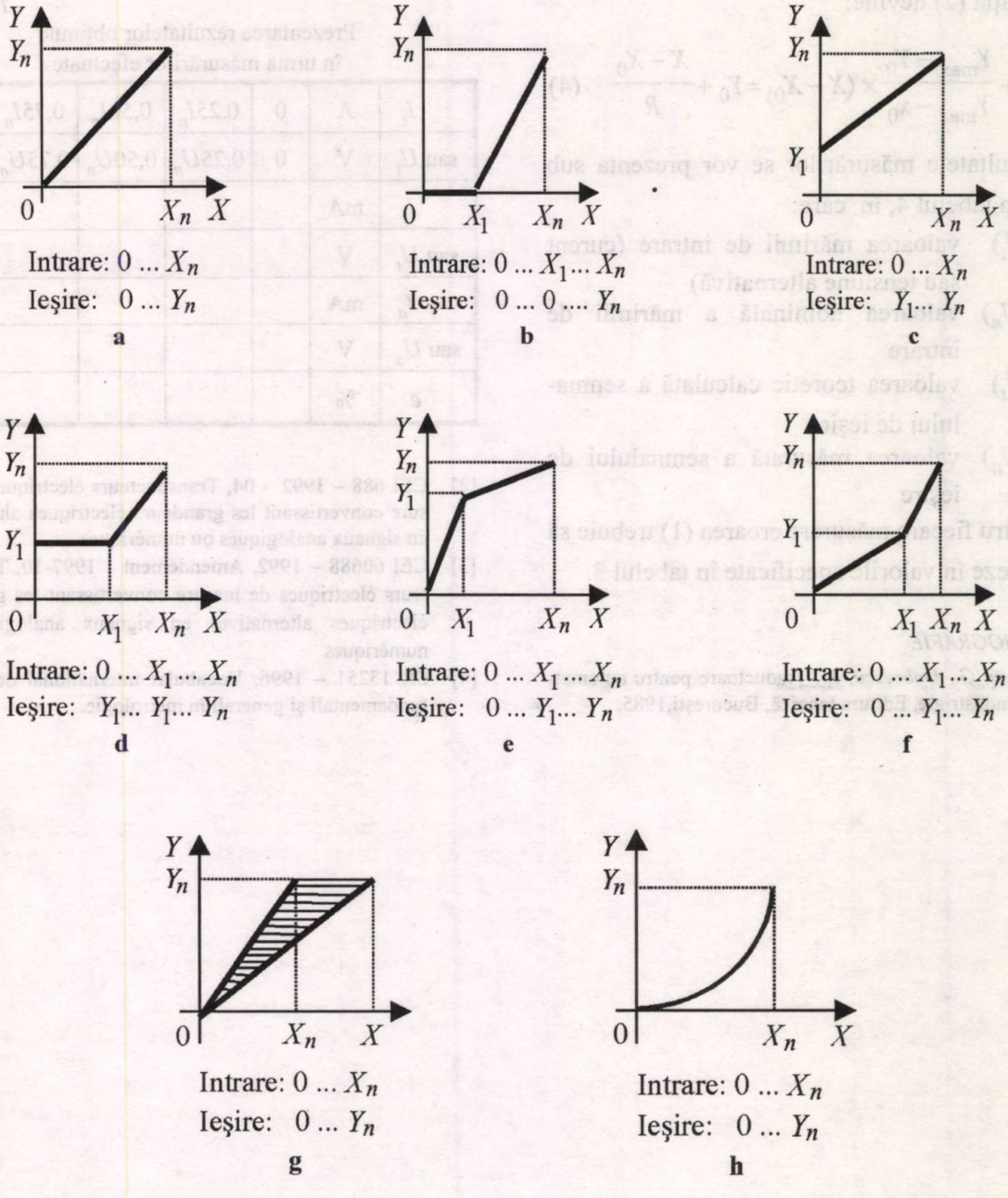


Fig. 4 Tipuri de caracteristici statice pentru traductoare de mărimi electrice

Limitele de reglare a mărimii măsurate sunt [2]:

a) pentru tensiunea măsurată: (80...120)% din valoarea nominală

b) pentru curentul măsurat: (60...130)% din valoarea nominală.

Aceasta înseamnă că valoarea nominală a semnalului de ieşire poate fi obţinută pentru o valoare oarecare a mărimii măsurate, reglată în gama de valori indicată mai sus.

Se defineşte, în acest caz, raportul de conversie, R, care reprezintă:

$$R = \frac{\text{Valoarea mărimii de intrare}}{\text{Valoarea mărimii de ieşire}} \qquad (3)$$

sau raportul dintre plajele de valori corespunzătoare acestor mărimi.

Acest raport de conversie înlesneşte calcularea valorii teoretice a semnalului de ieşire, care intră în relaţia de calcul a erorii (1).

Relaţia (2) devine:

$$Y_t = Y_0 + \frac{Y_{max} - Y_0}{Y_{max} - x_0} \times (X - X_{0)} = Y_0 + \frac{X - X_0}{R} \quad (4)$$

Rezultatele măsurărilor se vor prezenta sub forma din tabelul 4, în care:

- $I_i(U_i)$ valoarea mărimii de intrare (curent sau tensiune alternativă)
- $I_n(U_n)$ valoarea nominală a mărimii de intrare
- $I_t(U_t)$ valoarea teoretic calculată a semnalului de ieşire
- $I_a(U_a)$ valoarea măsurată a semnalului de ieşire

Pentru fiecare măsurare eroarea (1) trebuie să se încadreze în valorile specificate în tabelul 3.

Tabelul 4

Prezentarea rezultatelor obţinute în urma măsurărilor efectuate

I_i	A	0	$0{,}25I_n$	$0{,}50I_n$	$0{,}75I_n$	I_n
sau U_i	V	0	$0{,}25U_n$	$0{,}50U_n$	$0{,}75U_n$	U_n
I_t	mA					
sau U_t	V					
I_a	mA					
sau U_a	V					
e	%					

BIBLIOGRAFIE

[1] *Ionescu, G., Dobrescu, R.*, Traductoare pentru automatizări industriale, Editura tehnică, Bucureşti,1985.

[2] CEI 688 – 1992 – 04, Transducteurs électriques de mesure convertissant les grandeurs électriques alternatives en signaux analogiques ou numériques

[3] CEI 60688 – 1992, Amendement 1 1997-10, Transducteurs électriques de mesure convertissant les grandeurs électriques alternatives en signaux analogiques ou numériques

[4] SR 13251 – 1996, Vocabular internaţional de termeni fundamentali şi generali în metrologie.

ASPECTE PRIVIND PROIECTAREA TRADUCTOARELOR REZISTIVE PE BAZĂ DE STRATURI SUBȚIRI PENTRU MĂSURĂRI DIFERENȚIALE DE PRESIUNE

Horia CHIRIAC[*)]
Marinela TUPILATU[*)]
Florin-Vasile RUSU[*)]

Abstract: *The paper presents the operating principles of the resistive thin film transducers used for differential pressure measurements. The technical criteria used in order to chose the appropriate resistive material and the structure of the material are discussed.*

Résumé: *L'article présente les principes de fonctionnement des capteurs resistifs à couche mince utilisés pour le mesurage des pressions différentielles. On discute les critères techniques utilisées pour choisir le materiau résistif approprié et la structure du materiau.*

Utilizarea efectului piezorezistiv în realizarea traductoarelor de presiune a permis crearea unei categorii de elemente sensibile, care au proprietatea remarcabilă de a îngloba în aceeaşi unitate constructivă, atât dispozitivul de preluare a presiunii, cât şi dispozitivul de conversie în semnal electric a presiunii.

Piezorezistivitatea reprezintă proprietatea unui corp de a-şi modifica rezistivitatea electrică, deci rezistenţa electrică, sub acţiunea unui câmp de tensiuni mecanice la care este supus. Fenomenul apare atât la metale, cât şi la semiconductoare, diferind ordinul de mărime al semnalului electric. El se manifestă pregnant la metale prin modificarea dimensiunilor geometrice ale elementului rezistiv sensibil, în timp ce la semiconductoare este important prin modificarea numărului de purtători şi mobilitatea lor.

Efectul piezorezistiv creează posibilitatea reducerii dimensiunilor geometrice ale traductoarelor, mult mai semnificativă în cazul utilizării elementelor sensibile piezorezistive în tehnologia straturilor subţiri cât şi în cazul elementelor sensibile realizate prin difuzie în materialele semiconductoare. Factorul de joşă, introdus pentru caracterizarea cantitativă a efectului piezorezistiv, este definit în general prin raportul dintre variaţia relativă a rezistenţei electrice a rezistorului şi variaţia relativă a lungimii active a elementului rezistiv-rezistor. Această mărime este în mod general utilizată pentru caracterizarea proprietăţilor piezorezistive (deci sensibilitatea unui material la aplicarea presiunii) ale unui material, sub formă masivă sau strat subţire.

În general, un traductor pentru măsurări diferenţiale de presiune include în componenţa sa o structură de preluare a presiunii de la cele două prize de presiune şi de transformare în semnale electrice, denumit generic senzor, cât şi o unitate electronică ce are funcţii de preluare a semnalului electric provenit de la senzor şi prelucrarea sa ulterioară.

În literatura de specialitate sunt întâlnite traductoare pentru măsurări diferenţiale de presiune realizate, pe diferite principii de funcţionare, în două variante de bază (vezi tabelul 1).

Traductoarele diferenţiale proiectate şi realizate de către colectivul nostru, până la faza de prototip, au structura internă prezentată mai jos, senzorii de presiune din componenţa lor fiind de

*) Institutul Naţional de Cercetare-Dezvoltare pentru Fizică Tehnică Iaşi, Bulevardul D. Mangeron 47, 6600.

Tabelul 1

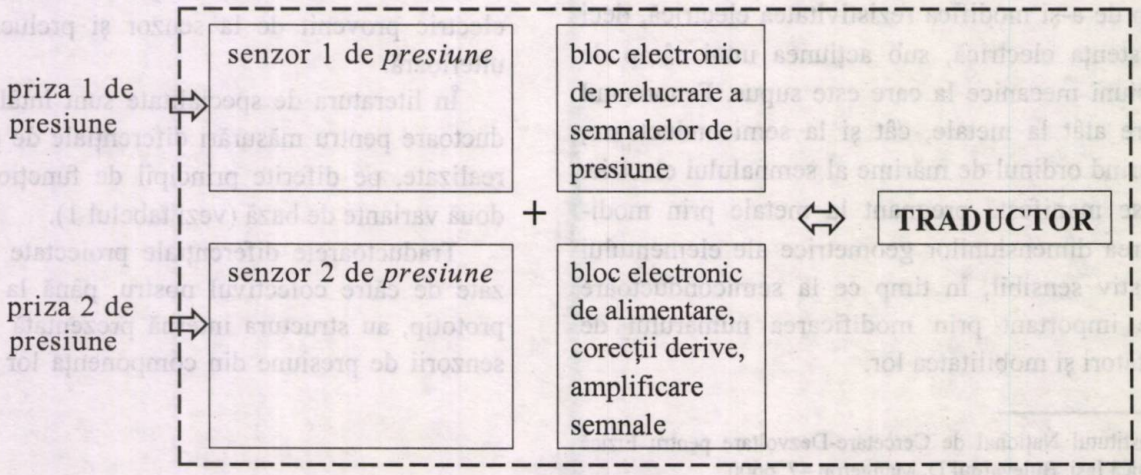
Tip de senzor diferenţial	Unitatea electronică alocată
structură diferenţială de preluare a semnalelor (mecanică, electromagnetică etc.) şi de transmitere a semnalului electric rezultat către un senzor pentru măsurări absolute	bloc electronic de prelucrare a semnalului
structură de preluare a semnalului de către doi senzori individuali pentru măsurări absolute sau relative	bloc electronic de preluare a semnalelor de la cei doi senzori, de scădere electronică a acestora, de prelucrare a semnalului rezultat în vederea convertirii în semnal electric sau, eventual, al afişării sale etc.

tip rezistiv, realizaţi în cadrul tehnologiilor de straturi subţiri, pe baza unor materiale ce prezintă un efect piezorezistiv caracterizat printr-un factor de joşă de valoare ridicată. Am utilizat un material rezistiv amorf sub formă de strat subţire, cu o compoziţie aleasă de noi, ce prezintă variaţii mari ale rezistenţei electrice cu temperatura şi care a fost special depus pentru a obţine un coeficient de dilatare apropiat de cel al materialului suportului pe care sunt dispuse rezistoarele din cadrul punţii de măsură. Un aliaj amorf de tip sticlă metalică, aşa cum se cunoaşte, conţine unul sau mai multe metale de tranziţie, de exemplu Fe, Ni, Co, combinate cu metaloizi de tipul B, P, C, cu rol de formatori de sticlă.

Aliajele amorfe prezintă un efect piezorezistiv de valoare mult mai mare decât la metale, datorită în principal variaţiei conductibilităţii electrice şi implicit a rezistivităţii electrice, determinate de anizotropia intrinsecă a materialului, mărimea cristalelor şi a modului însuşi de apariţie a fenomenului de conducţie electrică. Grosimea medie a stratului subţire din material-aliaj amorf utilizat este de 3000 A°, iar elementele rezistive-rezistoare din cadrul punţii de măsură au o lungime a traseului rezistiv de 110 mm, pentru o lăţime a liniei de 50 μm.

În cazul metalelor, efortul aplicat induce o variaţie a rezistenţei electrice bazată în principal pe variaţia geometriei elementului rezistiv, considerându-se că rezistivitatea electrică a acestuia rămâne neschimbată la aplicarea efortului. În cazul materialelor amorfe, efectul piezorezistiv de valoare mult mai mare decât în cazul metalelor este datorat, în principal, variaţiei conductibilităţii electrice (şi deci, implicit, a rezistivităţii).

Materialul realizat şi utilizat de către noi este obţinut dintr-un aliaj pe bază de $Co_{1-x}(Fe_{0,5}Ni_{0,5})_x$, prin topire într-un cuptor de inducţie. Din lingoul de aliaj primar obţinut a fost secţionat un disc având diametrul de 50 mm, care, împreună cu rondelele de Siliciu şi pastilele sinterizate de Bor, constituie ţinta compusă utilizată în procesul de obţinere a stratului subţire de aliaj amorf, prin pulverizare. Suprafeţele pe care sunt dispuse rondelele de Siliciu şi pastilele sinterizate de Bor



Tabelul 2

Elementele conţinute în aliajul de tip sticlă metalică	Compoziţiile aliajului de tip sticlă metalică (at %)
Cobalt Nichel Fier Bor	5 ; 10 ; 15 ; 20 ; 25 ; 29 39,5 ; 35 ; 32,5 ; 30 ; 27,5 ; 25,5 39,5 ; 35 ; 32,5 ; 30 ; 27,5 ; 25,5 16 ; 20 ; 20 ; 20 ; 20 ; 20
Cobalt Siliciu Bor	77,5 5 ; 10 17,5 ; 12,5
Cobalt Fier Nichel Siliciu Bor	5 ; 10 ; 15 ; 20 ; 25 ; 29 39,5 ; 35 ; 32,5 ; 30 ; 27,5 ; 25,5 39,5 ; 35 ; 32,5 ; 30 ; 27,5 ; 25,5 5 ; 5 ; 10 ; 10 ; 10 ; 10 11 ; 15 ; 10 ; 10 ; 10 ; 10

sunt astfel calculate, încât să se asigure o anumită valoare a compoziţiei stratului subţire.

Rezistorii din cadrul punţii sunt realizaţi în stratul subţire din aliaj amorf de tip sticlă metalică, depus în mod continuu pe întreaga suprafaţă a membranei elastice printr-un procedeu de fotolitografiere, urmat de o corodare chimică umedă.

Compoziţia aliajului amorf aleasă asigură obţinerea unui factor de joşă cu valoare cuprinsă între 6,3 şi 11,5 şi erori termice de 0,03% pe un grad Celsius, cauzate de variaţiile de temperatură în domeniul (–10; +40) °C.

Dimensiunile şi gabaritul reduse, precum şi caracteristicile tehnico-funcţionale ale traductorului sunt datorate, atât principiului de funcţionare, soluţiilor noi de proiectare a geometriei de preluare a semnalelor de presiune de la cele două prize de presiune, cât şi performanţelor obţinute prin utilizarea tehnologiilor de strat subţire la realizarea traductorului.

BIBLIOGRAFIE

[1] *T. Demian*, Elemente constructive de mecanică fină, Ed. Tehnică, 1985.

[2] *H. Chiriac, M. Tupilatu*, Brevet de invenţie 111881 B1: senzor rezistiv de presiune.

SISTEM INFORMATIC PENTRU EVIDENŢA METROLOGICĂ A CONTOARELOR DE APĂ ŞI A ABONAŢILOR CONTORIZAŢI

Cristian MOŢĂŢEANU[*)]
Sabina POPA[*)]

Abstract: *The paper presents a modern solution to collect and record data regarding the metrological surveillance of water meters in use and of the clients of the public water distribution system, a solution able to collect, process and record the large amount of data resulting from the large number of water meters in use and of clients.*

Résumé: *L'article présente une solution moderne pour collecter et enregistrer des données concernant la surveillance métrologique des compteurs d'eau utilisés et des clients du système publique de distribution de l'eau, une solution capable de collecter, traiter et enregistrer la grande quantité de données provenant du grand nombre de compteurs d'eau installés et de clients.*

1 Prezentare generală

Necesitatea contorizării consumurilor de apă, numărul mare de contoare de apă (apometre) montate la abonaţi (mii de bucăţi) precum şi legislaţia metrologică în vigoare (referitoare la punerea în funcţiune a sistemelor de contorizare, a verificărilor metrologice efectuate la scadenţă etc.) fac impropriu sistemul de evidenţă bazat pe fişe, registre etc. şi impun necesitatea realizării de sisteme informaţionale de evidenţă care să asigure acces rapid la informaţie, corectitudinea acesteia, prelucrări statistice etc.

În acest scop a fost realizat „Sistemul informatic pentru evidenţa metrologică a contoarelor de apă şi a abonaţilor contorizaţi" destinat implementării la prestatorii de servicii, privind distribuţia apei şi/sau contorizarea consumurilor de apă.

Lucrarea a fost realizată de către specialişti în domeniul măsurării şi contorizării consumurilor de apă în colaborare cu SC AEIC SA Craiova, unitate specializată în informatică de proces.

*) Agenţia Română pentru Calitate, Craiova, str. Mihail Kogălniceanu nr. 18, 1100.

2 Prezentarea aplicaţiei

2.1 *Configuraţie hard minimală*:

- Procesor Pentium II (686);
- Sistem de operare Windows 95 sau Windows 98;
- 32 MB SDRAM;
- 2,1 GB HDD;
- Pachetul de programe utilitare Microsoft Office 97 Professional sau versiunea ulterioară a acestuia (Office 2000).

2.2 *Structura aplicaţiei*

„Sistemul informatic pentru evidenţa metrologică a contoarelor de apă şi a abonaţilor contorizaţi" utilizează o bază de date realizată în ACCESS conţinând informaţii referitoare la:

- Abonaţi (categorie, nume, adresă, data montării apometrului);
- Apometre (serie, tip constructiv, proprietar, stare, nr./data BVM, nr./data aviz PIF, index);
- Montare sau înlocuire apometre la abonaţi (data montării sau înlocuirii apometrului la abonat, caracteristicile apometrului montat sau înlocuit);
- Verificări metrologice;
- Reclamaţii (nr./data reclamaţiei, abonat, obiectul reclamaţiei, modul de soluţionare).

Fluxul informaţional privind evidenţa sistemelor de contorizare este determinat de circuitul acestora din momentul montării lor la abonaţi până la casare, reprezentat în figura 1.

„Sistemul informatic pentru evidenţa metrologică a contoarelor de apă şi a abonaţilor contorizaţi" este structurat modular, astfel încât, fiecare modul de program îndeplineşte o funcţie determinată, fiind lansat dintr-un meniu principal, prezentat în figura 2.

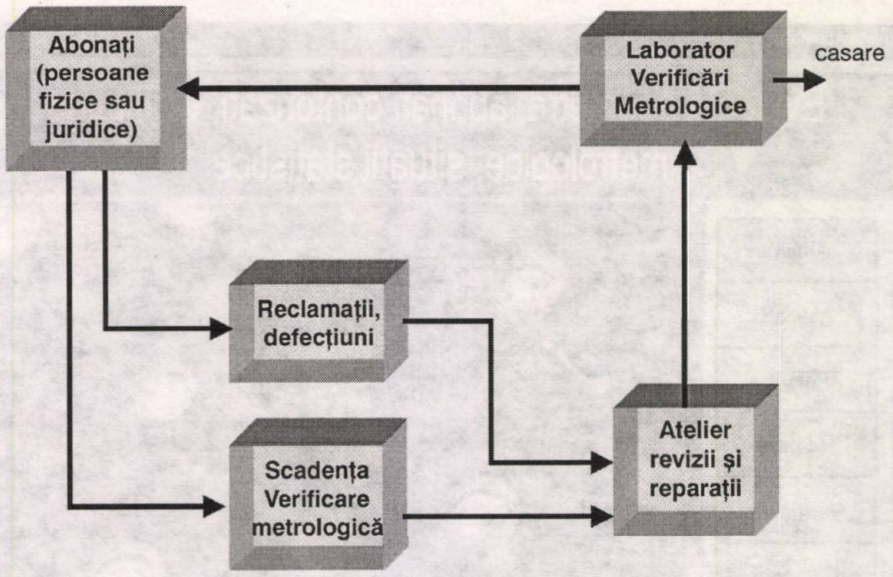


Figura 1

Principalele module de program sunt:

2.2.1 Configurare

Acest modul de program îndeplineşte funcţia de actualizare dicţionare de date referitoare la abonaţi (nume, categorie, adresă) şi la apometrele montate la aceştia (tip constructiv, stare apometru etc.).

2.2.2 Apometre

Acest modul de program îndeplineşte funcţia de actualizare tabelă de date pentru apometre, prin intermediul acestuia putându-se realiza următoarele operaţii:

- Adăugare apometru;
- Modificare tip, caracteristici tehnice sistem de contorizare;
- Vizualizare în funcţie de tipul constructiv (ordonată după adresa şi numele abonaţilor);
- Vizualizare generală (a tuturor sistemelor de contorizare), ordonată după adresa şi numele abonaţilor;
- Vizualizare apometre în stoc.

2.2.3 Abonaţi

Acest modul de program îndeplineşte funcţia de actualizare tabelă de date pentru abonaţi, având rolul de:

- Adăugarea unui nou abonat;
- Modificarea coordonatelor abonatului (adresă, nume, adăugarea unui nou sistem de contorizare la acelaşi abonat – abonaţi cu mai multe sisteme de contorizare);
- Vizualizare selectivă (pe cartiere sau străzi);
- Vizualizare generală (a tuturor abonaţilor).

2.2.4 Montare (înlocuire)

Acest modul de program reali- zează funcţia de actualizare a infor- maţiilor referitoare la procesul de montare (înlocuire) a sistemelor de contorizare la abonaţi.

2.2.5 Raportare

Acest modul de program îndeplineşte funcţia de vizualizare sau listare a diferitelor situaţii solicitate şi anume:

a) Situaţia apometrelor cu diametrul nominal .....
b) Situaţia apometrelor din cartier/strada .....
c) Situaţia centralizată a apometrelor (număr pe diametru nominal)
d) Situaţia centralizată a apometrelor (număr pe diametru nominal) aflate în evidenţă metrologică
e) Situaţia apometrelor din stoc
f) Situaţia centralizată a apometrelor din stoc
g) Situaţia apometrelor scadente (din punct de vedere al verificării metrologice – pe cartiere/ străzi, luna .....
h) Situaţia apometrelor casate/scoase din evidenţă metrologică (la abonaţi sau în stoc)
i) Situaţia centralizată a apometrelor casate/scoase din evidenţă metrologică

2.2.6 Reclamaţii

Acest modul de program realizează funcţia de actualizare a informaţiilor cu privire la reclamaţiile abonaţilor, referitoare la funcţionarea defec-

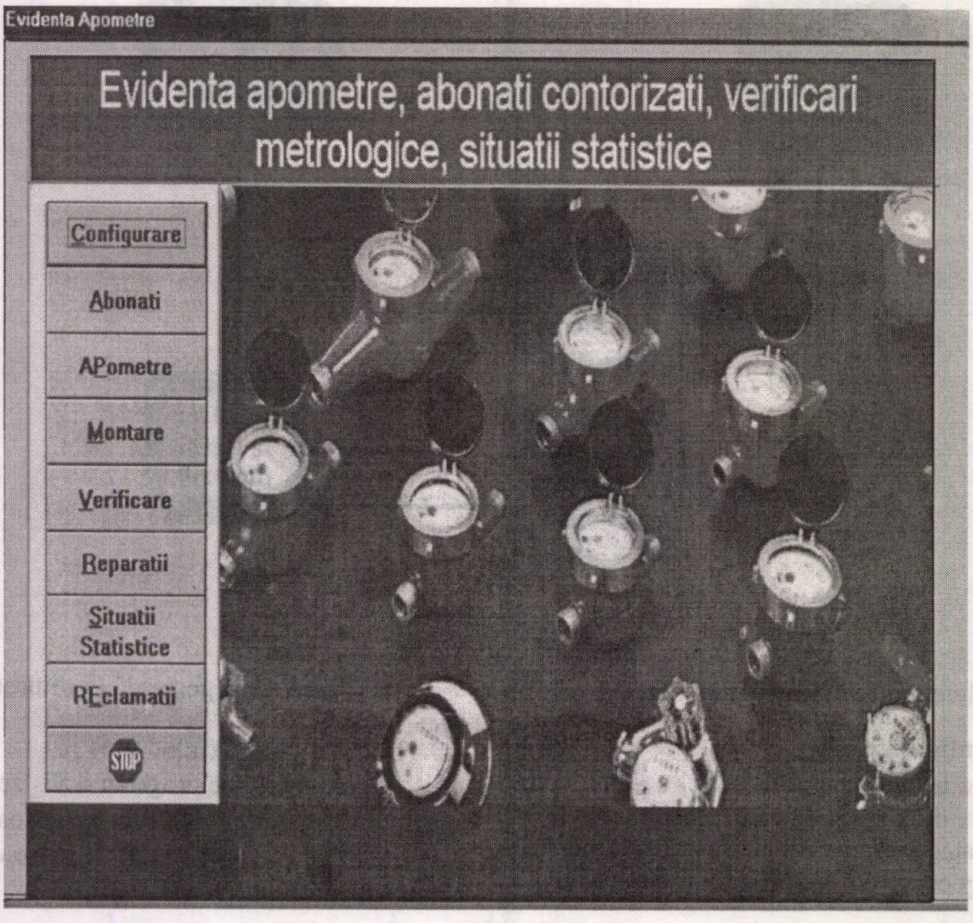


Figura 2

tuoasă a apometrelor, putându-se obţine o analiză a frecvenţei defecţiunilor apărute în funcţie de tipul constructiv, după o perioadă de funcţionare în teren etc.

2.2.7 Prelucrări statistice

Modulul de program „Grafic de merite", bazat pe analiza contoarelor de apă venite la verificare metrologică, a evidenţiat lipsa de performanţă a diferitelor subansamble, în funcţie de tipul constructiv, caracteristicile de funcţionare – parametrii calitativi ai apei, indexul, timpul de utilizare şi starea de funcţionare a acestora.

3 Concluzii

1. Implementarea aplicaţiei în cadrul R.A. Apă Craiova a dus la crearea unei activităţi metrologice coerente, unitare şi eficiente, în concordanţă cu cerinţele metrologice în vigoare, în care atât accesul la informaţii, cât şi actualizarea acestora să se facă rapid şi fără posibilitate de eroare.

2. Urmare a analizei rezultatelor din aplicaţia „Grafic demerite" s-a putut realiza un program de contorizare, astfel încât, prin instalarea de apometre cu caracteristici tehnico-constructive corespunzătoare condiţiilor de funcţionare, să se asigure fiabilitate mărită a sistemelor de contorizare.

3. În urma monitorizării funcţionării apometrelor instalate la abonaţi, a analizei erorilor rezultate la verificarea metrologică, a raportului preţ/calitate şi a capabilităţii de a îndeplini condiţiile cerute de NML 3-03/949 pentru verificarea metrologică ulterioară, s-a constatat că, clasa de precizie suficientă pentru contorizarea consumurilor de apă la consumatori este clasa B.

4. Deoarece, la apometrele având clasa de precizie C, după o perioadă de funcţionare, acestea nu se mai încadrează în erorile maxim admise, propunem modificarea NML 3-03/94, astfel încât aceasta să permită ca verificarea ulterioară a apometrelor să fie făcută în clasă B.

5. Sistemul poate fi interfaţat cu instalaţia etalon pentru verificarea contoarelor de apă Dn 15...40 mm în vederea prelucrării, stocării datelor şi emiterii protocoalelor de măsurare.

CELULE ELECTROCHIMICE UTILIZATE PENTRU DETERMINAREA INSTRUMENTALĂ A OXIGENULUI DIZOLVAT DIN SOLUȚII APOASE

Ioan CÎRNEANU[*)]
Victoriţa PĂUN[*)]

Abstract: *Some theoretical aspects regarding the dissolving of gases in aqueous solutions are presented and two types of electrochemical cells used for determining the content of dissolved oxygen in aqueus solutions are discussed as practical examples.*

Résumé: *On présente quelques aspets théorique concernant la dissolution des gases en des solutions aqueuses et on discute deux types de cellules électrochimiques utilisées pour déterminer le contenu d'oxygène dissou dans des solution aqueuses comme des examples practiques.*

1 Introducere

Gaze, cum ar fi amoniacul, bioxidul de carbon, bioxidul de sulf şi acidul clorhidric, reacţionează chimic cu apa, formând combinaţii chimice.

Gaze greu solubile, ca azotul, oxigenul şi argonul, formează în mediul apos soluţii fizice, cărora li se poate aplica Legea lui Henry.

Soluţii de gaze în lichide

Presiunea parţială, p_a, a unui gaz, deasupra soluţiei sale într-un lichid (lichid cu presiunea de vapori neglijabilă) este proporţională cu fracţia sa molară:

$$p_a = k\, x_a \qquad (1)$$

unde

k constantă (diferă mult de la un gaz la altul);

x_a fracţia molară.

În locul ecuaţiei (1) solubilitatea gazelor se poate exprima şi printr-o ecuaţie cunoscută ca **legea solubilităţii gazelor sau legea lui Henry**, de forma:

$$x_a = A\, p_a \qquad (2)$$

unde A este constanta lui Henry, atm^{-1}.

O altă mărime, care exprimă solubilitatea gazelor în lichide, este coeficientul de absorbţie sau de solubilitate, care defineşte cantitatea de gaz (redusă la 0 °C şi 101,325 kPa) ce se dizolvă, în condiţiile date, într-un litru de lichid.

Solubilitatea gazelor în lichide scade cu temperatura şi creşte direct proporţional cu presiunea parţială. Solubilitatea unui gaz dintr-un amestec de gaze este proporţională cu presiunea lui parţială.

2 Celule electrochimice pentru determinarea oxigenului dizolvat

2.1 *Celula Clark*

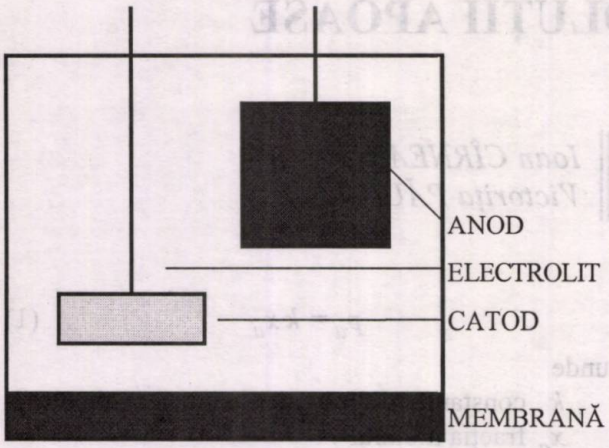
Celula Clark a fost realizată de dr. Clark în 1956.

Coeficienţi de absorbţie ai unor gaze în apă, la 101,325 kPa
(într-un litru de apă)

T, °C	H_2	N_2	O_2	CO_2	NH_3
0	0,017	0,023	0,049	1,71	58,2
30	0,006	0,013	0,026	0,66	8,6 (100°C)

*) Institutul Naţional de Metrologie, şos. Vitan Bârzeşti nr. 11, sector 4, Bucureşti.

Acest tip de celulă este alcătuită dintr-o semicelulă Ag/AgCl şi un metal nobil (platină sau paladiu), conform schemei de mai jos.



Reacţia anodică; cu electrolit KCl sau KBr:

$$2\,Ag + 2\,Cl^- = 2\,AgCl + 2e$$

(tensiunea de polarizare de aprox. 800 mV).

Reacţia catodică; platină, aur sau paladiu:

$$2e + 1/2\,O_2 + H_2O = 2\,OH^-$$

Reacţia totală:

$$2\,Ag + 2\,Cl^- + 2e + 1/2\,O_2 + H_2O = 2\,AgCl + 2e + 2\,OH^- \quad (3)$$

Rezultă că, atunci când o moleculă de oxigen este redusă la catod, sunt generaţi patru electroni în circuitul exterior. Curentul electric generat este direct proporţional cu cantitatea de oxigen redusă la catod.

Limitări ale utilizării celulei Clark

Celula Clark are 4 mari probleme care îi limitează utilizarea în operaţiile de determinare a concentraţiei de oxigen dizolvat:

a) procesul de inactivare al anodului;
b) deplasarea punctului de zero;
c) consumul ionilor de clor;
d) intervalul de timp de intrare în regim de măsurare.

a) Pentru că în urma reacţiei chimice a procesului electrochimic rezultă AgCl, un precipitat greu solubil, acesta se depune pe anod. Când suprafaţa anodului este acoperită în totalitate de AgCl, reacţia chimică de la electrozi este stopată. Depunerea de precipitat se înlătură prin spălarea anodului.

b) Prezenţa anionilor OH^- duce la modificarea *p*H-ului soluţiei interne de electrolit (care este în general o soluţie de clorură de potasiu) spre domeniul bazic cu modificarea potenţialului spre domeniul negativ.

Acest efect se înlătură prin schimbarea soluţiei de electrolit la intervale de timp determinate în funcţie de durata de utilizare a senzorului.

c) Conform reacţiei (3) se consumă ioni de clor.

Se impune, de aceea, schimbarea periodică a soluţiei de electrolit.

d) Tensiunea externă de polarizare a celulei Clark este de aproximativ 800 mV. Când se întrerupe polarizarea procesul electrochimic este oprit. La reconectare este nevoie de un interval de timp de aprox. 10 min pentru ca celula să se polarizeze şi pentru ca intensitatea curentului generat să fie stabil.

2.2 *Celula galvanică*

Principiul sondei galvanice a fost definit de Macreth în 1964.

De atunci s-au adus diferite modificări, astfel că, celula utilizată în prezent este cea descrisă de Hoeffner în 1985.

Sonda galvanică nu necesită tensiune de polarizare externă. Tensiunea electromotoare este dată de diferenţa de potenţial electrochimic dintre 2 metale (exemplu: plumb-aur sau plumb-argint).

Avantajul major al acestui tip de sondă este faptul că nu mai necesită timp de intrare în regim de funcţionare.

Reacţii chimice la electrozi:

- Reacţia anodică:

$$Zn = Zn^{2+} + 2e$$

(material: Zn sau Pb).

- Reacţia catodică:

$$2e + 1/2\,O_2 + H_2O = 2OH^-$$

Sau:

$$Zn + 2e + 1/2\,O_2 + H_2O = 2OH^- + Zn^{2+} + 2e$$

$$Zn + 1/2\,O_2 + H_2O = Zn(OH)_2 \text{ (greu solubil)}$$

$$= ZnO \text{ (precipitat alb)} + H_2O$$

- Reacţia finală:

$$Zn + 1/2\ O_2 = ZnO$$

Electrolitul trebuie schimbat la fiecare 2 săptămâni, datorită formării ZnO, care stopează procesul electrochimic. La celula Hoefner electrolitul este o soluţie de NaCl 2M.

2.3 *Interferenţa altor gaze dizolvate*

SO_2 şi H_2S

SO_2 este o mare problemă pentru că, la *p*H bazic, acesta trece în H_2S. H_2S rezultă şi în urma proceselor de descompunere a materiilor organice.

Reacţia catodică:

$$H_2S + 2\ OH^- = S^{2-} + 2\ H_20$$

$$2\ Ag^+ + S^{2-} = Ag_2S \text{ (precipitat)}$$

Dacă celula are catodul din argint, procesul nu are loc în cazul celulei Hoefner, deoarece electrodul este protejat de sarcinile negative ale electronilor.

În cazul celulei Clark anodul, fiind din argint, este uşor atacat de H_2S.

Amoniul-ionul de amoniu creează probleme numai la *p*H mai mare de 11 şi numai pentru cuplul de electrozi Pb-Ag sau Pb-Au, când electrolitul folosit este NaOH (*p*H >12).

He şi N_2 pot difuza prin membrană, dar nu crează probleme funcţionării sondei.

În condiţii normale, concentraţia de bioxid de carbon este foarte scăzută. Nu apar probleme funcţionale, dacă oxigenul are o concentraţie de aprox. 10 ori mai mare decât bioxidul de carbon.

2.4 *Determinarea concentraţiei de oxigen dizolvat la saturaţie*

Pentru determinarea concentraţiei de oxigen dizolvat la saturaţie sunt necesare următoarele etape:

- determinarea temperaturii probei;
- determinarea altitudinii la care se face determinarea;
- determinarea salinităţii probei.

Modalităţi de stabilire a concentraţiei de oxigen dizolvat la saturaţie:

a) pe baza tabelelor (vezi tabelul 1 şi tabelul 2) – conform (1);

b) pe bază de calcul:

$$V = a\ v\ p\ /\ 760$$

unde:

V vol. de gaz redus în condiţii normale (0 °C şi 1013 kPa);

v vol. de lichid în care se dizolvă V;

p presiunea parţială a gazului dizolvat;

a coeficient de absorbţie

$$a = 273\ S/T$$

unde:

S coeficient de solubilitate.

Exemple de calcul:

1) Amestecul de gaz conţine 79% N_2 şi 21% O_2 la 20 °C.

Volumul de lichid cu oxigen la saturaţie este de 1L.

$$a_{azot} = 0{,}015\ ;\ a_{oxigen} = 0{,}0302$$

$$p = 760 \cdot 21 / 100 = 159{,}6 \text{ mm Hg}$$

$$V = 0{,}0302 \cdot 1000 \cdot 159{,}6 / 760 = 6{,}342 \text{ mL}$$

$$m = 6{,}342 \cdot 32 / 22{,}4 = 9{,}06 \text{ mg}$$

2) Amestecul de gaz conţine 78% N_2 ; 21% O_2 şi 1% Ar la 20 °C.

Volumul de lichid cu oxigen la saturaţie este de 1L.

$$a_{azot}=0{,}015\ ;\ a_{oxigen}=0{,}0302;\ a_{Ar}= 0{,}020$$

Presiunea parţială a vaporilor de apă este 11 mm Hg.

$$p = (760 - 11) \cdot 21 / 100 = 157{,}29 \text{ mm Hg}$$

$$V = 0{,}0302 \cdot 1000 \cdot 157{,}29 / 760 = 6{,}25 \text{ mL}$$

$$m = 8{,}93 \text{ mg}$$

3 Determinări experimentale

Determinările au fost efectuate cu cele două tipuri de celule electrochimice prezentate la pct.2. Se prezintă curbele de variaţie a concentraţiei de oxigen dizolvat cu timpul de intrare în regim de funcţionare şi cu variaţia temperaturii şi a salinităţii.

Concluzii

Celula Clark face parte din componenţa analizoarelor realizate de firma WTW – Germania, iar celula galvanică este parte componentă a analizoarelor realizate de firma Eutech-Singapore.

Tabelul 1

Solubilitatea oxigenului dizolvat (mg/L) în funcție de *T* și *P*

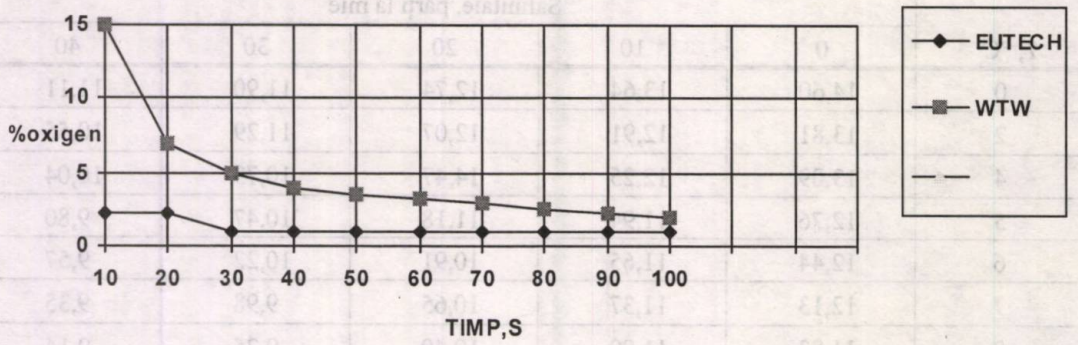
	Altitudine, m			presiune, kPa	
	0	152	610	1219	1524
T, °C	1013	995	944	879	848
0	14,60	14,34	13,60	12,67	12,22
2	13,81	13,57	12,87	11,98	11,56
4	13,09	12,86	12,20	11,36	10,96
5	12,76	12,53	11,88	11,07	10,68
6	12,44	12,22	11,58	10,79	10,41
7	12,13	11,91	11,29	10,52	10,15
8	11,83	11,62	11,02	10,26	9,91
9	11,55	11,34	10,76	10,02	9,67
10	11,28	11,08	10,50	9,78	9,44
11	11,02	10,82	10,26	9,56	9,22
12	10,77	10,58	10,03	9,34	9,01
13	10,53	10,34	9,80	9,13	8,81
14	10,29	10,11	9,59	8,93	8,62
15	10,07	9,89	9,38	8,74	8,43
16	9,86	9,68	9,18	8,55	8,25
18	9,45	9,29	8,80	8,20	7,91
19	9,26	9,10	8,63	8,03	7,75
20	9,08	8,92	8,45	7,87	7,60
21	8,90	8,74	8,29	7,72	7,45
22	8,73	8,57	8,13	7,57	7,31
23	8,56	8,41	7,97	7,43	7,17
24	8,40	8,25	7,82	7,29	7,03
25	8,24	8,10	7,68	7,15	6,90
26	8,09	7,95	7,54	7,02	6,78
27	7,95	7,81	7,40	6,90	6,65
28	7,81	7,67	7,27	6,77	6,54
29	7,67	7,54	7,14	6,65	6,42
30	7,54	7,41	7,02	6,54	6,31
31	7,41	7,28	6,90	6,43	6,20
32	7,29	7,16	6,79	6,32	6,10
33	7,17	7,04	6,67	6,22	6,00
34	7,05	6,92	6,56	6,11	5,90
35	6,93	6,81	6,46	6,02	5,81
36	6,82	6,70	6,36	5,92	5,71
37	6,72	6,60	6,26	5,83	5,62
38	6,61	6,49	6,16	5,74	5,53
39	6,51	6,39	6,06	5,65	5,45
40	6,41	6,30	5,97	5,56	5,37

Tabelul 2

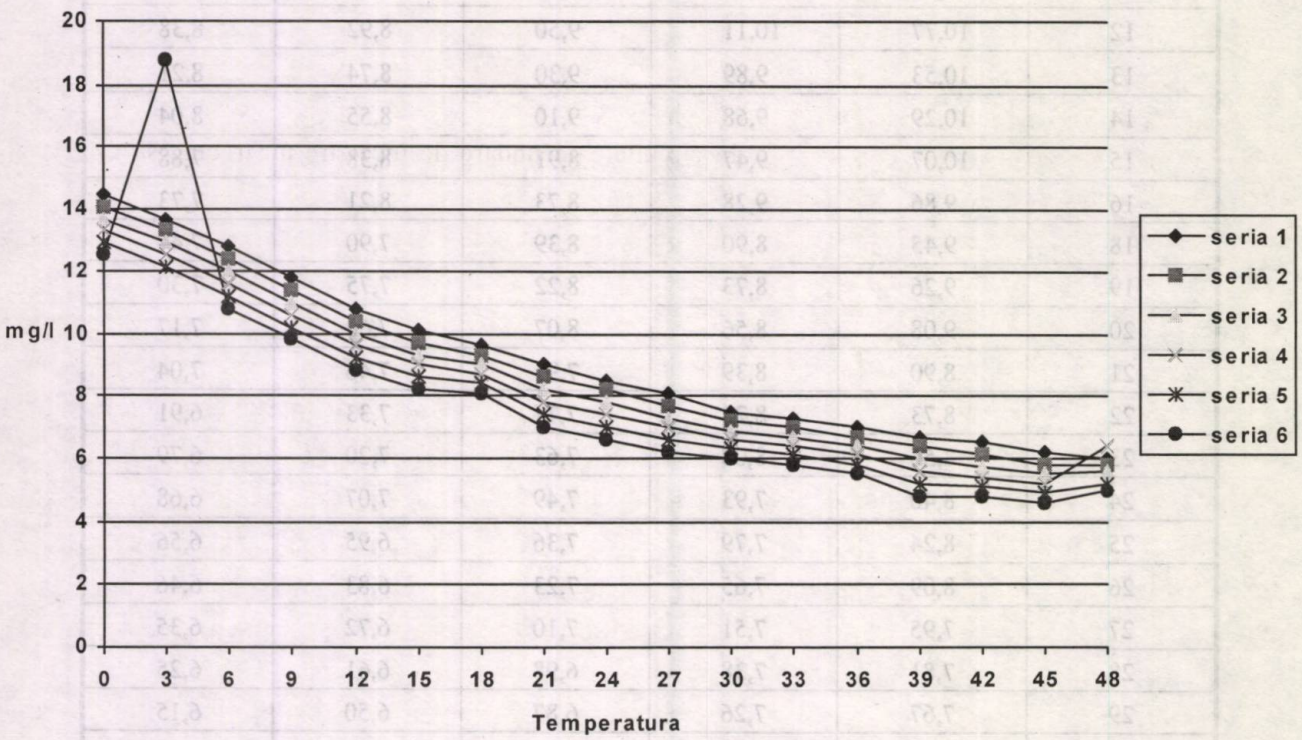
Solubilitatea oxigenului în funcție de temperatură şi salinitate

T, °C	Salinitate, părți la mie				
	0	10	20	30	40
0	14,60	13,64	12,74	11,90	11,11
2	13,81	12,91	12,07	11,29	10,55
4	13,09	12,25	14,47	10,73	10,04
5	12,76	11,94	11,18	10,47	9,80
6	12,44	11,65	10,91	10,22	9,57
7	12,13	11,37	10,65	9,98	9,35
8	11,83	11,09	10,40	9,75	9,14
9	11,55	10,83	10,16	9,53	8,94
10	11,28	10,58	9,93	9,32	8,75
11	11,02	10,34	9,71	9,12	8,56
12	10,77	10,11	9,50	8,92	8,38
13	10,53	9,89	9,30	8,74	8,21
14	10,29	9,68	9,10	8,55	8,04
15	10,07	9,47	8,91	8,38	7,88
16	9,86	9,28	8,73	8,21	7,73
18	9,45	8,90	8,39	7,90	7,44
19	9,26	8,73	8,22	7,75	7,30
20	9,08	8,56	8,07	7,60	7,17
21	8,90	8,39	7,91	7,46	7,04
22	8,73	8,23	7,77	7,33	6,91
23	8,56	8,08	7,63	7,20	6,79
24	8,40	7,93	7,49	7,07	6,68
25	8,24	7,79	7,36	6,95	6,56
26	8,09	7,65	7,23	6,83	6,46
27	7,95	7,51	7,10	6,72	6,35
28	7,81	7,38	6,98	6,61	6,25
29	7,67	7,26	6,87	6,50	6,15
30	7,54	7,14	6,75	6,39	6,05
31	7,41	7,02	6,65	6,29	5,96
32	7,29	6,90	6,54	6,19	5,87
33	7,17	6,79	6,44	6,10	5,78
34	7,05	6,68	6,33	6,01	5,69
35	6,93	6,58	6,24	5,92	5,61
36	6,82	6,47	6,14	5,83	5,53
37	6,72	6,60	6,26	5,83	5,62
38	6,61	6,28	5,96	5,66	5,37
39	6,51	6,18	5,87	5,58	5,30
40	6,41	6,09	5,79	5,50	5,22

Timpul de intrare în regim



Variația solubilității cu temperatura și salinitatea



Celulele intră în componența analizoarelor pentru determinarea oxigenului dizolvat, analizoare care, în ultimii ani, au cunoscut perfecționări multiple.

Analizoarelor pentru determinarea oxigenului dizolvat au largi posibilități de utilizare în domenii ca: protecția mediului, piscicultură, industrie, cercetare.

BIBLIOGRAFIE

[1] STAS 6536-87: "Apa potabilă. Determinarea conținutului de oxigen dizolvat în apă"

[2] ISO 5814-1984: "Calitatea apei. Dozarea oxigenului dizolvat. Metoda electrochimică cu sondă"

INFORMAŢII

Congresul Mondial IMEKO 2000
Viena, 25-28 septembrie 2000

Seria congreselor mondiale IMEKO (Confederaţia Internaţională de Măsurări), începută în anul 1958 – anul înfiinţării organizaţiei – a ajuns la cea de a 16-a ediţie, găzduită de renumitul centru de conferinţe al palatului „Hofburg" din inima Vienei. Prin programul ştiinţific, organizare, mijloacele puse la dispoziţie de ÖGMA (Societatea Austriacă pentru Măsurare şi Automatizare) – organizatorul principal al congresului – şi prin numărul comunicărilor prezentate şi al aprticipanţilor, al 16-lea Congres Mondial IMEKO le-a depăşit pe toate cele anterioare.

Conform datelor puse la dispoziţie de Consiliul General al IMEKO, la congres au fost prezentate 697 comunicări, selecţionate din 750 propuneri venite de la autori din 49 ţări. La congres au participat 810 persoane (1030 împreună cu persoanele însoţitoare). Cei mai mulţi autori de comunicări au venit din Germania (130), Japonia (128), Polonia (122), Italia (76), Austria (56), Cehia (40), Marea Britanie (32), Rusia (29), Slovenia (27), Slovacia (25), SUA (25), Croaţia (20), Finlanda (20), Ungaria (20), Franţa (19), România (19), China (16), Brazilia (14), Ucraina (14), Lituania (12), Senegal (12), Elveţia (11), Turcia (11), Coreea (10).

Congresul a avut loc sub patronajul preşedintelui republicii Austria şi al unui Comitet Onorific din care au făcut parte cinci miniştri federali – pentru ştiinţă şi cultură; probleme sociale; economie şi muncă; agricultură, păduri şi mediu; transport, inovare şi tehnologie –, primarul oraşului Viena, guvernatorul Austriei de Sud, rectorul Universităţii Tehnice din Viena şi alţii. Comitetul Internaţional pentru Program a fost compus din 1118 membri (printre care şi doi din România, prof. G. Lazea şi dr. A. Millea). Comitetul Local de Organizare a fost condus de prof. P. H. Osanna.

Au colaborat la organizarea Congresului: BIPM (Biroul Internaţional de Măsuri şi Greutăţi); OIML (Organizaţia Internaţională de Metrologie Legală); IFAC (Federaţia Internaţională de Control Automat); IFIP (Federaţia Internaţională de Procesare a Informaţiei); IFORS (Federaţia Internaţională a Societăţilor de Cercetare Operaţională); IAMCS (Asociaţia Internaţională pentru Matematică şi Calculatoare în Simulare); IEEE-IM (Institutul Inginerilor Electricieni şi Electronişti, Societatea de Instrumentaţie şi Măsurare); AHMT (Cercul de Lucru al Studenţilor în Tehnica Măsurării, Austria); AMS (Cercul de Lucru al Docenţilor în Tehnica Măsurării, Elveţia).

Comunicările au fost repartizate în 30 secţiuni, dintre care 20 şi-au desfăşurat lucrările sub egida celor 20 Comitete Tehnice ale IMEKO, celelalte fiind axate pe subiecte complementare, în concordanţă cu tematica lucrărilor propuse de autori. Secţiunile congresului au fost următoarele:

1. Învăţământ şi formare în Măsurări şi Instrumentaţie
2. Măsurări fotonice
3. Măsurarea forţei, masei şi momentului
4. Măsurarea mărimilor electrice
5. Măsurarea durităţii
7. Ştiinţa măsurărilor
8. Trasabilitatea în metrologie
9. Măsurarea debitului
10. Diagnoza tehnică
11. Infrastructuri metrologice
12. Măsurări termice şi măsurarea temperaturii
13. Măsurări în biologie şi în medicină
14. Măsurarea mărimilor geometrice
15. Mecanica experimentală
16. Măsurarea presiunii şi a vacuumului
17. Măsurări în robotică

18. Măsurarea funcţiunilor umane
19. Subiecte speciale pentru congresul IMEKO 2000
20. Micro şi nano-tehnologie
21. Evaluarea incertitudinii şi erori de măsurare
22. Sisteme expert în luarea deciziilor
23. Evaluarea rezultatelor măsurării
24. Managementul calităţii
25. Măsurări în protecţia mediului
26. Măsurări în ingineria construcţiilor
27. Tehnici folosind raze X
28. Inteligenţa artificială în tehnica măsurărilor

Organizatorii au editat un CD care conţine informaţii complete asupra secţiunilor, autorilor şi titlurilor, precum şi toate lucrările în extenso. Au fost de asemenea tipărite 11 volume cu textele complete ale comunicărilor, totalizând peste 4500 pagini, urmând ca un al 12-lea volum, consacrat lucrărilor primite cu întârziere, să apară în curând.

Au fost prezentate patru lucrări în sesiuni plenare, de către specialişti reputaţi în domeniul măsurărilor şi în domenii conexe:

- **Prof. H. Zemanek** (Universitatea Tehnică din Viena): *Tehnologia măsurării – tehnologia informaţiei*
- **prof. L.A. Zadeh** (University of California): *De la calculul cu numere la calculul cu cuvinte – de la manipularea măsurărilor la manipularea percepţiilor*
- **Prof. L. Finkelstein** (City University, London): *Inovare prin proiectare*
- **D.T. Moore** (Office of Science and Technology, Washinton D.C.): *Stabilirea priorităţilor în ştiinţă şi în tehnologie*

În timpul congresului, au avut loc şedinţe şi mese rotunde ale comitetelor tehnice IMEKO:

TC 2 Măsurări fotonice
TC 3 Măsurarea forţei, masei şi a momentului
TC 11 Infrastructuri metrologice
TC 12 Măsurări termice şi măsurarea temperaturii
TC 13 Măsurări în biologie şi în medicină
TC 14 Măsurarea mărimilor geometrice
TC 19 Măsurări în protecţia mediului
TC 20 Măsurări în ingineria construcţiilor

În paralel cu lucrările congresului, au avut loc două „ateliere" (Workshop): EWADC'2000, al 5-lea Euro Workshop „Modelarea şi încercarea convertoarelor analog-digitale", organizat de TC 4, şi ISMCR'2000, „Sisteme robot avansate şi realitatea virtuală", organizat de TC 17.

S-a organizat şi o mică expoziţie a congresului, dna Barbara Striker, văduva regretatului George Striker, fondatorul IMEKO, a înmânat premiul trienal „George Striker Junior Award", în valoare de 1000 USD, oferit cu ocazia fiecărui Congres Mondial IMEKO unui autor până în 35 de ani prezent la congres. De data aceasta beneficiarul premiului a fost croatul Damir Ilic, autor al unei lucrări prezentate în sesiunea consacrată convertoarelor A-D. Secretarul general al IMEKO a anunţat că firma elveţiană „Endress-Hauser" a adăugat încă 1000 USD la acest premiu.

Tot cu această ocazie, s-a comunicat înfiinţarea unui nou comitet tehnic, TC 21, „Inteligenţa artificială".

În şedinţa anuală a Consiliului General IMEKO, desfăşurată între 26 şi 28 septembrie 2000, s-au luat mai multe decizii importante pentru viaţa organizaţiei, printre care unele modificări ale statutului şi regulamentului de funcţionare, primirea de noi organizaţii membre (din Israel şi din Grecia), alegerea de noi preşedinţi şi membri ai comitetelor de acreditare, tehnic şi consulativ. Ca redactor-şef al revistei „*Measurement*" (publicaţie lunară editată de ELSEVIER, sub egida IMEKO) a fost numit prof. Kenneth Grattan (Marea Britanie). Noul preşedinte al IMEKO, pentru următorii trei ani, va fi prof. Manfred Peters (Germania).

Următoarele două congrese mondiale IMEKO vor avea loc în 2003, la Dubrovnik, Croaţia şi în 2006 la Rio de Janeiro, Brazilia.

Notă. Societate Română de Măsurări, organizaţia membră în IMEKO din partea României, este în posesia CD-ului cu lucrările Congresului Mondial IMEKO 2000 (ca şi ale congreselor anterioare, din Osaka, 1999 şi Tampere, 1997). Doritorii pot obţine copii ale titlurilor lucrărilor sau ale unor lucrări complete.

Aurel MILLEA

BUDAPESTI MŰSZAKI ÉS GAZDASÁGTUDOMÁNYI EGYETEM Műszaki Információs Központ és Könyvtár 2001